

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
Escola de Engenharia  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Igor Cuzzuol dos Santos

**INFLUÊNCIA DA DISTRIBUIÇÃO INICIAL DE PARTÍCULAS DE SEGUNDA FASE NA  
MICROESTRUTURA E COMPORTAMENTO MECÂNICO DE UMA LIGA Al-Zn-Mg-Cu  
PROCESSADA POR DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA**

Belo Horizonte

2022

Igor Cuzzuol dos Santos

**INFLUÊNCIA DA DISTRIBUIÇÃO INICIAL DE PARTÍCULAS DE SEGUNDA FASE NA  
MICROESTRUTURA E COMPORTAMENTO MECÂNICO DE UMA LIGA Al-Zn-Mg-Cu  
PROCESSADA POR DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de Concentração: Metalurgia Física.

Orientador: Pedro Henrique Rodrigues  
Pereira

Coorientador: Roberto Braga Figueiredo

Coorientador: Eric Marchezini Mazzer

Belo Horizonte

2022

Santos, Igor Cuzzuol dos.

S237i                   Influência da distribuição inicial das partículas de segunda fase na microestrutura e comportamento mecânico de uma liga A-Zn-Mg-Cu processada por deformação severa [recurso eletrônico] / Igor Cuzzuol dos Santos – 2022.

1 recurso online (114 f.: il., color.): pdf.

Orientador: Pedro Henrique Rodrigues Pereira.  
Coorientador: Roberto Braga Figueiredo.  
Coorientador: Eric Marchezini Mazzer.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Minas Gerais,  
Escola de Engenharia.

Bibliografia: f. 53-68.  
Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Engenharia Metalúrgica - Teses. 2. Ligas de alumínio – Teses.  
3. Torção – Teses. I. Pereira, Pedro Henrique Rodrigues. II. Figueiredo, Roberto Braga. III. Mazzer, Eric Marchezini. IV. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. V. Título.

CDU: 669(043)

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Leticia Alves Vieira - CRB-6/2337

Biblioteca Prof. Mário Werneck - Escola de Engenharia da UFMG



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
**ESCOLA DE ENGENHARIA**  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia  
Metalúrgica, Materiais e de Minas



A tese intitulada "**Influência da Distribuição Inicial de Partículas de Segunda Fase na Microestrutura e Comportamento Mecânico de uma Liga Al-Zn-Mg-Cu Processada por Deformação Plástica Severa**", área de concentração: Metalurgia Física, apresentada pelo candidato **Igor Cuzzuol dos Santos**, para obtenção do grau de Doutor em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, foi aprovada pela comissão examinadora constituída pelos seguintes membros:

Dr. Pedro Henrique Rodrigues Pereira  
Orientador (UFMG)

Dr. Pedro Paiva Brito  
(PUC/MG)

Dra. Paula Cibely Alves Flausino  
(UFOP)

Dr. Natanael Geraldo e Silva Almeida  
(CEFET/MG)

Dr. Cláudio Laudares Passos Silva  
(CTNano)

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas/UFMG

Belo Horizonte, 27 de outubro de 2022

## **AGRADECIMENTOS**

À DEUS, força maior do universo que norteia nossa existência.

À família pelo apoio incondicional e suporte nos momentos mais difíceis: Mãe Vera, Pai Valdece, irmãos Caio e Vitor por todo amor e carinho. Cristiano, Daniel, Tia Rose e primos pela parceria de sempre. Meus avós que sempre cuidaram de mim.

À Taiz, amada esposa, por tudo. Foram tantos momentos nessa caminhada e ela se manteve sempre por perto, amando, sofrendo e aprendendo junto. À Mimosa e Jow que sempre me transmitiram enorme carinho e estiveram juntas nas escritas, acalmando o coração.

Ao excelso professor Dr. Pedro Henrique Pereira pela inestimável orientação nesse trabalho. Sempre muito paciente, acolhedor e de um conhecimento transmitido que poucas vezes presenciei na academia. Um porto seguro e um colaborador irretocável. Gratidão imensa.

Ao estimado professor Dr. Eric Mazzer pela coorientação. Esteve sempre presente e colaborativo. Ao prof. Dr. Roberto Braga Figueiredo pela oportunidade de ingressar na UFMG e pelo início do trabalho. Aos professores da comissão examinadora, pilares fundamentais para conclusão desse trabalho: Dr. Paulo Cetlin, Dr. Pedro Brito, Dra. Paula Cibely, Dr. Claudio Laudares e Dr. Natanael Almeida. Aos professores da UFMG que sempre ajudaram de alguma forma: Dr. Dagoberto Santos, Dr. Eduardo Nunes, Dr. Witor Wolf e Dr. Rodrigo Oréfice.

Ao prof. Dr. Leonardo Barbosa Godefroid da Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP) e ao prof. Dr. Luiz Paulo Brandão do Instituto Militar de Engenharia (IME) pela orientação desde o início da minha formação acadêmica, grandes incentivadores da pesquisa científica no país. À UFOP e ao IME pela enorme bagagem acadêmica e, sobretudo, pela experiência humana.

Aos amigos que encontrei nessa caminhada e pelo inestimável suporte durante os anos dessa pesquisa: Dra. Jorgimara Braga, professora Dra. Dayana Garcia, MSc. Gustavo Sousa e Msc. Jessica Paiva, os amigos do vinho! Ao Leonardo que sempre apoiou nos ensaios laboratoriais. À MSc. Denise Cristina, parceira de estudos e trabalhos, MSc. Athos Araújo, Dra. Moara e MSc. Karla. Aos amigos da minha cidade natal e amigos da UFOP e IME, em especial: Hélio Santi, Bianca Nossa, Carla Cerri, Danilo Cuzzuol, Murilo Cuzzuol, Ronaldo Carvalho, Ramón Botelho, Eustáquio Baêta, Nick Robbers e república \$audade da Mamãe.

À equipe da Revista Docência do Ensino Superior (GIZ/UFMG) que me recebeu de braços abertos e a oportunidade de ter trabalhado com essa revista e equipe fantásticas. Foi um aprendizado enorme e uma experiência única. Obrigado!

À AMG BRASIL, empresa que me deu apoio e incentivou a continuidade dos meus estudos. Aos companheiros e incentivadores: Juliana Orzil, Roberto Layber, e a todos os companheiros da equipe Anteligas e Químicos.

À empresa ALUX do Brasil/CBA que abriu meus horizontes e me deu novas oportunidades de aprendizado, principalmente, na questão de reciclagem do Alumínio e seu papel social no planeta.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e Minas da UFMG (PPGEM) e aos órgãos de fomento, CNPq, CAPES, FAPEMIG pelo auxílio financeiro. Aos funcionários Maria Aparecida Pacheco e Nelson Azevedo.

E a todas as pessoas que, de alguma forma ou de outra, contribuíram durante a minha formação. Gratidão!

## RESUMO

Diversos estudos comprovam que a relação resistência/peso em ligas de alumínio pode ser potencializada devido ao expressivo aumento de resistência mecânica pela aplicação de deformação plástica severa. Além disso, a condição inicial do material tende a influenciar o comportamento microestrutural e mecânico dessas ligas ao longo da deformação. Dessa forma, o presente trabalho busca demonstrar, por meio de experimentos práticos, o comportamento microestrutural e mecânico de uma liga de alumínio processada por *HPT* (*high pressure torsion*) sob diferentes condições microestruturais antes do processamento. O material foi processado à temperatura ambiente com 1/8, 1, 5, 30, 50 e 100 revoluções. Para avaliar as mudanças estruturais da liga, antes e após o processamento, foram realizados procedimentos de metalografia, seguidos de aquisição de imagens via microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão (MET) e difração de raios-x (DRX). As análises das propriedades mecânicas e sua distribuição ao longo das amostras foram realizadas via ensaios de microdureza. Os resultados corroboram que a microestrutura inicial da liga antes do processamento por *HPT* interfere diretamente na evolução da estrutura e das propriedades mecânicas em cada grau de deformação. Para uma microestrutura inicial carregada de partículas de segunda fase, os resultados indicam expressivos refinamento e alongamento de grãos após grandes deformações (~100 voltas). Ademais, o material apresentou novo comportamento de curva de endurecimento se estabilizando em dois estágios, ao contrário das curvas convencionas com estabilização simples, que, normalmente, são reportadas e são aceitas na literatura para essa família de ligas. Atribui-se a esta nova curva de endurecimento a uma redução na mobilidade de contornos devido a segregação de solutos nesses sítios. Por outro lado, para uma microestrutura inicial solubilizada, com poucas partículas de segunda fase, a microestrutura apresentou grande refinamento logo nos primeiros estágios de deformação (~1 volta). Foi observada ocorrência de precipitação dinâmica, ao longo do processamento, levando a um pico de dureza entre 30-50 voltas de *HPT*. Posteriormente, com a dissolução dessas nanopartículas e com a predominância de fenômenos de recuperação, a liga apresentou uma diminuição nos valores da dureza para deformações ~ 100 voltas de *HPT*.

**Palavras-chave:** Ligas de alumínio. Segregação. Dissolução. Dureza. Torção sob alta pressão. Recuperação. Precipitados.

## ABSTRACT

In the literature, several studies have shown that the strength/weight ratio in aluminum alloys can be enhanced due to a significant increase in the mechanical strength by the application of severe plastic deformation techniques. Additionally, the material initial condition usually influences in the microstructural and mechanical behavior of these alloys throughout the deformation. Therefore, the present study aims to demonstrate, through practical experiments, the microstructural and mechanical behavior of an aluminum alloy processed by HPT (high pressure torsion) under different microstructural conditions before processing. The material was processed at room temperature with 1/8, 1, 5, 30, 50 and 100 HPT revolutions. To evaluate the alloy structural changes before and after processing, metallography procedures were performed followed by image acquisition via scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM) and x-ray diffraction (XRD). Analyses of the mechanical properties and their distribution throughout the samples were performed via microhardness tests. The results corroborate that the alloy initial microstructure before HPT processing directly interferes in the evolution of the structure and in the mechanical properties along deformation. For an initial microstructure with full amount of second phase particles, the results indicate an expressive grain refinement and elongation after large deformations (~100 turns). In addition, the material exhibits two distinct and consecutive hardening stages, unlike the conventional curves with only one stage, which are usually reported and accepted in the literature for aluminum alloys. This new strain hardening curve is attributed to a reduction in the grain boundary mobility due to the occurrence of solute segregation at the grain boundaries. On the other hand, for an initial solubilized microstructure with few second phase particles, the microstructure showed great refinement in the very first strain stages (~1 turn). Dynamic precipitation was observed throughout the processing leading to the occurrence of a hardness peak between 30-50 HPT turns. Subsequently, with the dissolution of these nanoparticles and predominance of recovery phenomena, the alloy showed a decrease in hardness values for strains up to ~100 HPT turns.

**Keywords:** Aluminum alloys. Segregation. Dissolution. Hardness. High pressure torsion. Recovery. Precipitates.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1: Processo de <i>HPT</i> em dois estágios: (a) Estágio de compressão, no qual uma carga é aplicada na amostra para atingir a pressão desejada e; (b) Estágio de compressão-torção, no qual uma velocidade angular é aplicada a um dos cilindros. Adaptado de (PEREIRA <i>et al.</i> , 2015).....	26
Figura 3.2: Ilustração esquemática do mecanismo de refino de grão em ligas de alumínio processadas por deformação plástica severa. Adaptado de (Liu <i>et al.</i> , 2014).....	28
Figura 3.3: Evolução da microestrutura e do tamanho de grão de uma liga Al - 3% Mg processada por ¼, 1, 5 e 10 voltas de <i>HPT</i> . As imagens foram obtidas por microscopia eletrônica de transmissão próximas ao centro do disco. Adaptado de (LEE <i>et al.</i> , 2016).....	29
Figura 3.4: Imagens da liga Al-7075 na (a) condição recozida e (b) após processamento por <i>HPT</i> com cinco voltas próximas as bordas do disco. Adaptado de (SABBAGHIANRAD; KAWASAKI; LANGDON, 2012a).....	30
Figura 3.5: Evolução da microestrutura com o aumento do teor de Mg (0,5-2,0%). Adaptado (KALSAR <i>et al.</i> , 2020).....	33
Figura 3.6: Dissolução, segregação e precipitação de uma liga Al-Zn-Mg-Cu processada por 2, 5 e 10 voltas de <i>HPT</i> na temperatura ambiente. Partículas em vermelho na dissolução são precipitados de MgZn <sub>2</sub> . Legenda: GB = contornos de grão e P = precipitados. Adaptado de (ZHANG <i>et al.</i> , 2019c).....	37
Figura 3.7: Variação da microdureza Vickers com o inverso do tamanho de grão para uma liga Al-3%Mg processada por <i>HPT</i> . Adaptado de (FURUKAWA <i>et al.</i> , 1996).....	39
Figura 3.8: Valores de microdureza vickers ao longo do diâmetro do disco para uma liga 7075 processada em diferentes números de voltas de <i>HPT</i> . Legenda: P = pressão e RT = temperatura ambiente ( <i>room temperature</i> ). Adaptado de (SABBAGHIANRAD; KAWASAKI; LANGDON, 2012a). .....	41
Figura 3.9: Evolução da microdureza Vickers para alumínio comercialmente puro após (a) ¼; (b) 1 e (c) 5 voltas de <i>HPT</i> e para a liga Al 6061. Legenda: RT = temperatura ambiente ( <i>room temperature</i> ). Adaptado de (KAWASAKI <i>et al.</i> , 2011). .....	42
Figura 3.10: Valores de microdureza Vickers com o aumento da deformação equivalente ( $\epsilon$ ) para uma liga 7075 processada por <i>HPT</i> e <i>ECAP + HPT</i> (SABBAGHIANRAD; LANGDON, 2015a).....	43
Figura 3.11: Ilustração esquemática dos três tipos de evolução de dureza com o aumento da deformação equivalente para metais processados por <i>HPT</i> : (a) sem recuperação, (b) com recuperação e (c) com amolecimento. Adaptado de (KAWASAKI; AHN; LANGDON, 2010). .....	44
Figura 4.1: Fluxograma esquemático representando a metodologia utilizada na presente pesquisa. .....	49

Figura 4.2: Ilustração esquemática de $\frac{1}{4}$ do disco de <i>HPT</i> mostrando as posições ao longo do raio do disco em que foram realizadas as medições de microdureza. Adaptado de (KAWASAKI; LANGDON, 2008b).....	50
Figura 4.3: Representação das posições obtidas para análises de microestrutura da liga Al-7050. ....	51
Figura 5.1: Ilustração esquemática das posições de amostragem associadas às análises microestruturais realizadas nos discos da liga Al 7050 .....	74
Figura 5.2: Variação da microdureza Vickers em relação a distância dos centros do disco para as amostras de Al 7050 no estado inicial e após processamento por <i>HPT</i> .....	75
Figura 5.3: Micrografias de MEV mostrando a distribuição de microcavidades e partículas de segunda fase ao longo da superfície de um disco Al 7050, imediatamente, antes do processamento de <i>HPT</i> : (a) imagem de elétrons secundários ( <i>SE</i> ), (b, c) imagens de elétrons retroespalhados ( <i>BSE</i> ) em duas ampliações diferentes.....	76
Figura 5.4: Imagens de <i>BSE</i> obtidas no centro de discos Al 7050 processadas por (a) 1/8, (b) 1, (c) 30 e (d) 100 voltas de <i>HPT</i> à temperatura ambiente.....	78
Figura 5.5: Imagens de <i>BSE</i> obtidas em diferentes ampliações nas bordas dos discos da liga Al 7050 processados por (a, b) 1/8, (c, d) 1, (e, f) 30 e (g, h) 100 voltas de <i>HPT</i> .....	78
Figura 5.6: Histogramas mostrando os diâmetros médios de partículas de segunda fase para discos da liga Al 7050 processados através de diferentes números de voltas de <i>HPT</i> .....	80
Figura 5.7: (a) Padrões de difração de raios X e (b) gráficos de tamanho de cristalito e de densidade de discordâncias em função do número de voltas para discos da liga Al 7050 submetidos até 100 voltas de processamento por <i>HPT</i> .....	81
Figura 5.8: Mapas de orientação da liga Al 7050 processada por (a) 1, (b) 30 e (c) 100 voltas de <i>HPT</i> na temperatura ambiente.....	82
Figura 5.9: Histogramas (a) dos diâmetros dos grãos por área e (b) os ângulos de desorientação para a liga Al 7050 processada por 1, 30 e 100 voltas de <i>HPT</i> : a curva sólida em (b) mostra a distribuição convencional de Mackenzie.....	83
Figura 5.10: Imagens de MET em diferentes ampliações mostrando detalhes das estruturas de grãos da liga Al 7050 processadas por (a) 1, (b, c) 30 e (d, e, f) 100 voltas de <i>HPT</i> .....	85
Figura 5.11: Gráfico de microdureza Vickers em função de $d^{-1/2}$ para a liga Al 7050 processada por 1, 30 e 100 rotações de <i>HPT</i> na temperatura ambiente: pontos de dados adicionais são incluídos para ligas semelhantes de Al-Zn-Mg-Cu processadas por <i>HPT</i> [14,15,27–34], <i>ECAP</i> [12,13,36] e <i>FSP</i> [22–26].....	89
Figura 5.12: Gráfico de microdureza Vickers em função de deformação equivalente, $\epsilon_{eq}$ , para discos da liga Al 7050 submetidos a até 100 voltas de <i>HPT</i> : pontos de dados adicionais são incluídos para ligas de alumínio similares processadas por <i>HPT</i> [27–29,31–33]. ....	92

Figura 5.13: Ilustração esquemática do endurecimento em dois estágios e microestruturas típicas desenvolvidas em ligas de Al-Zn-Mg-Cu processadas por <i>HPT</i> na temperatura ambiente.....	95
Figura 5.14: Representação esquemática das posições de amostragem para as análises microestruturais realizados na amostra solubilizada e na liga Al processada por <i>HPT</i> .....	108
Figura 5.15: Variação da microdureza Vickers registrada na porção central da amostra com relação a distância dos centros dos discos de Al 7050 na condição solubilizada e após processamento por <i>HPT</i> .....	109
Figura 5.16: Imagens de <i>BSE</i> obtidas nas bordas dos discos da liga Al 7050 na (a) condição solubilizada e após (b) 1, (c) 30 e (d) 100 voltas de <i>HPT</i> na temperatura ambiente.....	110
Figura 5.17: (a) Padrões de difração de raios X e gráficos de (b) tamanho de cristalito e densidade de discordâncias em função do número de voltas para discos da liga Al 7050 solubilizada e submetidos a até 100 voltas de processamento por <i>HPT</i> .....	112
Figura 5.18: Padrões <i>SAED</i> e imagens de MET em diferentes ampliações mostrando detalhes das estruturas de grãos da liga Al 7050 solubilizada e processada por (a, b) 1, (c, d) 30 e (e, f) 100 voltas de <i>HPT</i> . As setas laranjas indicam a presença de aglomerados. ....	113
Figura 5.19: Imagens de MET em diferentes ampliações sobre detalhes das partículas de segunda fase e de contornos de grãos da liga Al 7050 solubilizada e processada por (a, b) 1, (c, d) 30 e (e, f) 100 voltas <i>HPT</i> .....	115
Figura 5.20: Fração por área (lado esquerdo) e fração numérica (lado direito) de partículas de segunda fase para a liga Al 7050 processadas por meio de diferentes números de voltas de <i>HPT</i> na temperatura ambiente.....	116
Figura 5.21: Gráfico da microdureza Vickers em função da deformação equivalente, $\epsilon_{eq}$ , para discos de Al-Zn-Mg-Cu processados por até 100 voltas de <i>HPT</i> : pontos de dados adicionais são incluídos para ligas de Al semelhantes processadas por <i>HPT</i> [30, 36, 37, 42–44].....	120
Figura 5.22: Ilustração esquemática do amolecimento e microestruturas típicas desenvolvidas em ligas de Al-Zn-Mg-Cu solubilizadas e processadas por <i>HPT</i> na temperatura ambiente.....	122

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1: Efeito de diferentes parâmetros na estrutura final dos grãos quando submetidos a deformação plástica severa. Adaptado de (PIPPAN <i>et al.</i> , 2006).....	31
Tabela 3.2: Valores de microdureza Vickers para diferentes ligas de alumínio processadas por <i>HPT</i> . Todas os processamentos de <i>HPT</i> listados nessa tabela foram realizados a temperatura ambiente.....	45
Tabela 5.1: Tamanho de grão, valores médios dos eixos de grãos menores e maiores, razão de aspecto e fração de <i>HAGBs</i> para uma liga Al 7050 processada por diferentes revoluções de <i>HPT</i> . .....	83
Tabela 5.2: Resultados de tamanho de grão e dureza Vickers em ligas de Al-Zn-Mg-Cu após processamento por <i>SPD</i> . ....	86
Tabela 5.3: Tamanho do grão, razão de aspecto e de valores médios dos eixos de grãos menores e maiores para a liga Al 7050 solubilizada e processada por de diferentes números de voltas de <i>HPT</i> . .....	114
Tabela 5.4: Valores de microdureza Vickers e tamanho de grão em ligas de Al-Zn-Mg-Cu após <i>HPT</i> . .....	117

## LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 3.1 .....	24
Equação 3.2 .....	26
Equação 3.3 .....	40
Equação 5.1 .....	88
Equação 5.2 .....	91
Equação 5.3 .....	119

## DEFINIÇÕES E ABREVIATURAS

Al	-	Alumínio
ARB	-	<i>Accumulative roll-bonding</i>
ASTAR	-	Sistema de mapeamento automático de orientação cristalográfica
BSE	-	<i>Backscattered electrons</i> (imagem por elétrons retro-espalhados)
CCC	-	Cúbico de corpo centrado
DRX	-	Difração de raios-x
DSC	-	<i>Differential Scanning Calorimetry</i> (Calorimetria diferencial)
EBSD	-	<i>Electron backscatter diffraction</i> (Difração de elétrons retro-espalhados)
ECAP	-	<i>Equal-channel angular pressing</i> (prensagem em canal angular)
EFE	-	Energia de Falha de Empilhamento
FIB	-	<i>Focused ion beam</i> (Feixe de íons focalizados)
FSP	-	<i>Friction stir processing</i> (deformação por fricção)
GBS	-	<i>Grain boundary sliding</i> (deslizamento por contorno de grão)
HAGBs	-	<i>High-angle grain boundaries</i> (contornos de grão de alto ângulo)
HPT	-	<i>High-pressure torsion</i> (torção sob alta pressão)
K	-	Escala de temperature Kelvin
LAGB's	-	<i>Low-angle grain boundaries</i> (contornos de grão de baixo ângulo)
MET	-	Microscópio eletrônico de transmissão
MEV	-	Microscopia eletrônica de varredura
N	-	Número de voltas no processo de <i>HPT</i>
n	-	Número de passes no processo de <i>ECAP</i>
rpm	-	Rotação por minuto
RT	-	<i>Room temperature</i> (temperatura ambiente)
SE	-	<i>Secondary electrons</i> (imagem por elétrons secundários)
SEM	-	<i>Scanning electron microscopy</i> (microscopia eletrônica de varredura)
SPD	-	<i>Severe Plastic Deformation</i> (deformação plástica severa)
T	-	Temperatura absoluta
TEM	-	<i>Transmission electron microscopy</i> (Microscópio eletrônico de transmissão)
TKD	-	<i>Transmission Kikuchi Diffraction</i> (Difração por Kikuchi em transmissão)

UFG	-	<i>Ultrafine-grains</i> (grãos ultrafinos)
XRD	-	<i>X-ray diffraction</i> (difração de raios-x)
$d$	-	Tamanho médio de grãos
$d\theta$	-	rotação infinitesimal
$dl$	-	deslocamento infinitesimal
H	-	Dureza
Hv	-	Dureza Vickers
$h$	-	Espessura do disco de <i>HPT</i>
$k_y$	-	Constante de escoamento na relação de Hall-Petch
$r$	-	Distância radial medida desde o centro do disco de <i>HPT</i>
P	-	Pressão hidrostática imposta no processo por <i>HPT</i>
$\varepsilon$	-	Deformação verdadeira
$\varepsilon_{eq}$	-	Deformação equivalente
$\gamma$	-	Deformação por cisalhamento
$\rho$	-	Densidade de discordâncias
$\eta$	-	precipitado estável formado em ligas de alumínio ricas em zinco e magnésio. Possível formulação = $MgZn_2$
$\sigma_0$	-	Tensão de cisalhamento da relação de Hall-Petch
$\sigma_y$	-	Tensão de escoamento
5xxx	-	de acordo com <i>Aluminum Association</i> é uma série/grupo/família de ligas de alumínio que tem como principal elemento de liga o magnésio
7xxx	-	de acordo com <i>Aluminum Association</i> é uma série/grupo/família de ligas de alumínio que tem como principal elemento de liga o zinco e outros elementos como magnésio e cobre

## ESTRUTURA DA TESE

Esta tese contém 6 capítulos. No capítulo 1, são apresentadas as motivações que levaram ao engajamento deste estudo e algumas considerações iniciais a respeito do alumínio, suas ligas e os principais processamentos mecânicos utilizados para aumento da resistência mecânica desse metal. Além disso, também se introduz o conceito de deformação plástica severa, suas principais técnicas e seus principais fatores, que afetam as propriedades do material após processamento por deformação severa.

O capítulo 2 consiste nos objetivos dessa pesquisa, sendo dividido em objetivo geral e em objetivos específicos.

No capítulo 3 é realizada a revisão da literatura sobre os principais assuntos que serão abordados nesta pesquisa como: deformação plástica severa, a torsão sob alta pressão, técnica utilizada neste trabalho, e os principais fenômenos mecânicos e microestruturais que ocorrem nas ligas de alumínio, principalmente, nas ligas da série 7xxx, quando são submetidas ao processamento por deformação plástica severa.

No capítulo 4, tem-se a apresentação do material que foi utilizado e seu histórico de processamento. Neste capítulo também se apresenta toda a metodologia experimental que foi utilizada para obtenção de dados, desde as condições de processamento mecânico e de tratamento térmico do metal até as análises de microscopia, de raios-x e de propriedades mecânicas.

Os trabalhos resultantes da pesquisa encontram-se no capítulo 5. A primeira seção aborda a influência do processamento de torsão sob alta pressão sobre o comportamento microestrutural e mecânico da liga Al-Zn-Mg-Cu. A novidade do estudo é a formação de um duplo estágio de deformação quando aplicado alto grau de deformação plástica severa na liga com presença de precipitados, inicialmente, distribuídos na matriz antes do processamento mecânico. Este trabalho foi submetido no periódico *Journal of Alloys and Compounds* em 2022, intitulado: *Evidence for two-stage hardening in an Al-Zn-Mg-Cu alloy processed by high-pressure torsion*.

A segunda seção do capítulo 5 aborda como a influência da estrutura inicial, previamente submetida a tratamento térmico antes do processamento por *HPT*, leva à redução de dureza na liga Al-Zn-Mg-Cu após grandes valores de deformação equivalente. O trabalho foi submetido na revista *Journal of Materials Science*, no ano de 2022, intitulado: *Evidence of strain softening in a solution treated Al-Zn-Mg-Cu alloy after processing by up to 100 turns in high-pressure torsion*.

Por fim, o capítulo 6 apresenta as considerações finais deste trabalho e suas contribuições originais. Ao final, também são listados alguns temas como sugestões para trabalhos futuros

## SUMÁRIO

1.	CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO.....	19
1.1	Motivação da tese.....	19
2.	CAPÍTULO 2 – OBJETIVOS.....	22
2.1	Geral.....	22
2.2	Específicos.....	22
3.	CAPÍTULO 3 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	23
3.1	Al-Zn-Mg-Cu (Ligas de alumínio da série 7xxx).....	23
3.2	Deformação plástica severa ( <i>SPD - severe plastic deformation</i> ).....	24
3.2.1	TORÇÃO SOB ALTA PRESSÃO ( <i>HPT - High pressure torsion</i> ).....	25
3.3	Comportamento da microestrutura em ligas de alumínio processadas por <i>HPT</i> .....	27
3.3.1	EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA APÓS PROCESSAMENTO POR <i>HPT</i> .....	27
3.3.2	FATORES QUE INFLUENCIAM A EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE LIGAS DE ALUMÍNIO PROCESSADAS POR <i>HPT</i> .....	30
3.3.3	INFLUÊNCIA DOS ELEMENTOS DE LIGA E DAS PARTÍCULAS DE SEGUNDA FASE NA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE LIGAS DE ALUMÍNIO PROCESSADAS POR <i>HPT</i> .....	32
3.3.4	TRANSFORMAÇÕES DE FASE INDUZIDAS POR <i>SPD</i> .....	35
3.4	Propriedades mecânicas em ligas de alumínio processadas por <i>HPT</i> .....	38
3.4.1	RELAÇÃO DE HALL-PETCH.....	38
3.4.2	ESTADO ESTACIONÁRIO (SATURAÇÃO).....	41
3.4.3	MICRODUREZA E MECANISMOS DE ENDURECIMENTO.....	45
4.	CAPÍTULO 4 - MATERIAIS E MÉTODOS.....	49
4.1	Material e tratamentos térmicos.....	49
4.2	Processamento por <i>HPT</i> .....	50
4.3	Medição de microdureza.....	50
4.4	Caracterização microestrutural.....	51
4.4.1	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	51
4.4.2	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO.....	51
4.4.3	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX).....	52
	Referências Bibliográficas.....	53

5.	CAPÍTULO 5 – DESENVOLVIMENTO.....	69
5.1	– Evidência de endurecimento em dois estágios em uma liga Al-Zn-Mg-Cu processada por torção sob alta pressão .....	69
5.1.1	INTRODUÇÃO.....	70
5.1.2	MATERIAIS E MÉTODOS .....	72
5.1.3	RESULTADOS EXPERIMENTAIS.....	74
5.1.4	DISCUSSÃO .....	85
5.1.5	RESUMO E CONCLUSÕES .....	95
5.1.6	AGRADECIMENTOS .....	96
5.1.7	REFERÊNCIAS.....	96
5.2	Evidência de amolecimento em uma liga solubilizada de Al-Zn-Mg-Cu após processamento por até 100 voltas de torção sob alta pressão.....	105
5.2.1	INTRODUÇÃO.....	105
5.2.2	MATERIAIS E MÉTODOS .....	107
5.2.3	RESULTADOS EXPERIMENTAIS.....	109
5.2.4	DISCUSSÃO .....	116
5.2.5	RESUMO E CONCLUSÕES .....	122
5.2.6	AGRADECIMENTOS .....	123
5.2.7	REFERÊNCIAS.....	123
6.	CAPÍTULO 6 – CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	130
6.1	Conclusões gerais .....	130
6.2	Contribuições originais .....	131
6.3	Produção acadêmica relacionada.....	131
6.3.1	ARTIGOS SUBMETIDOS.....	131
6.4	Sugestões para trabalhos futuros .....	132

## 1. CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO

### 1.1 Motivação da tese

O alumínio primário é o metal não ferroso mais consumido no planeta, porém em sua forma mais pura possui propriedades pouco atrativas. Quando combinado com outros elementos químicos, o alumínio primário transforma-se nas conhecidas ligas de alumínio, que ampliam sua capacidade de utilização, combinando ótima relação resistência/peso, além de adquirirem níveis ótimos de condutividade elétrica, térmica e resistência à corrosão. Porém, apesar das ligas de alumínio apresentarem boas propriedades mecânicas, geralmente, os limites de resistência alcançados não são comparáveis a outros materiais, como o aço, por exemplo, restringindo algumas de suas aplicações. Algumas alternativas são conhecidas e utilizadas na prática industrial para um incremento das propriedades mecânicas dessas ligas, principalmente, no que se refere aos valores de resistência à tração e ao alongamento. Notadamente, podem ser citados dois processos fundamentais: o endurecimento por encruamento e o endurecimento por precipitação (para ligas endurecíveis por precipitação). Ambas as alternativas fazem uso da modificação da microestrutura do material, sem alterar a composição química das ligas.

Ao contrário do que ocorre no endurecimento por precipitação, em que apenas algumas famílias de ligas podem ser endurecidas por esse fenômeno (ligas da família 2xxx, 6xxx e 7xxx), o endurecimento por deformação plástica (encruamento) pode ser aplicado em todas as ligas de alumínio. O endurecimento por deformação é possível por meios de processo de conformação mecânica, especialmente, em temperaturas homólogas abaixo de  $\sim 0,4.T_f$  (temperatura de fusão), trata-se do trabalho a frio. Os processos de conformação mais conhecidos são: laminação, extrusão, trefilação, forjamento e estampagem. Nas últimas décadas, um novo processo de conformação tem surgido com grande destaque e se mostrado promissor, principalmente, no que se refere ao aumento da resistência mecânica pela redução do tamanho de grão. Esse método é conhecido como deformação plástica severa, da sigla em inglês *SPD* (*severe plastic deformation*).

Em resumo, o processamento por deformação severa consiste em impor altos níveis de deformação plástica visando obter grãos ultrafinos (*UFG - Ultrafine grains*), geralmente, na ordem de nanômetros. Além disso, uma das principais características do processo de *SPD* é que não há alteração significativa das dimensões gerais da peça de trabalho. Uma das vantagens na produção de materiais com grãos ultrafinos é a obtenção de alta resistência mecânica, obedecendo a conhecida relação de Hall-Petch (HALL, 1951; PETCH, 1953).

Atualmente, existem algumas técnicas para processar materiais pelo método de deformação severa, sendo as principais: o processo de prensagem em canal angular (*ECAP - Equal channel angular pressing*), a deformação por fricção (*FSP - friction stir processing*) e a torção sob alta pressão (*HPT - High pressure torsion*), sendo esta última a técnica escolhida para aplicação no presente trabalho. Nesse processo, dois cilindros maciços impõem altas pressões hidrostáticas no material, que, geralmente, se encontra na forma de um disco fino com ~0,7 mm de espessura. Concomitante à aplicação da pressão, um desses cilindros rotaciona gerando esforços de torção, deformando assim a amostra. O processamento de materiais por *HPT* proporciona um refinamento de grão mais efetivo, acarretando também em uma maior fração de contornos de alto ângulo quando comparado com outras técnicas. É por este motivo que o processamento por *HPT* tem potencial para aumentar a resistência mecânica de materiais cristalinos por meio do refinamento de grãos.

A relação de Hall-Petch, mencionada anteriormente, apresenta uma relação entre a tensão de escoamento com o inverso do tamanho de grão do material, ou seja, quanto menor o grão, maior a tensão de escoamento. Geralmente, para o alumínio e suas ligas, a relação de Hall-Petch é obedecida e se observa melhora nas propriedades mecânicas com o refinamento de grãos em baixas temperaturas homólogas. Além disso, sabe-se que o grau de refinamento e o nível de dureza alcançado, após processo de deformação plástica, depende, da temperatura, da composição química e da microestrutura inicial. Porém, após uma certa quantidade de deformação imposta, o material deformado por *HPT* tende a atingir uma condição de saturação, a depender muito das características do material e do processamento, conforme mencionado. Nessa condição de equilíbrio, o aumento da deformação não acarreta em mudanças significativas nas propriedades mecânicas do material.

Dito isso, vale ressaltar a importância de entender como a microestrutura inicial e a composição química das ligas de alumínio afetam o comportamento mecânico e estrutural durante e ao final do processamento por *SPD* à temperatura ambiente. Apesar de ser possível encontrar na literatura inúmeros estudos sobre a influência do *HPT* na evolução microestrutural de ligas de alumínio, a maioria das pesquisas foram conduzidas para processamentos aplicando deformações próximas a ~10-20 voltas de *HPT* e tendo como condição inicial uma microestrutura solubilizada. Nessas condições, o material pode ainda não ter alcançado um verdadeiro estado de equilíbrio, como indicam as pesquisas com essas circunstâncias. Não obstante, trabalhos recentes indicam que processar ligas de alumínio a altas quantidades de deformação (em torno de ~50-100 voltas), pode contribuir para se alcançar um novo estado de equilíbrio, gerando assim novas condições microestruturais e de propriedades mecânicas. Portanto, considera-se de extrema importância a

elaboração de estudos adicionais para compreender como diferentes condições iniciais, além da condição solubilizada, afetam a microestrutura e as propriedades mecânicas de ligas de alumínio durante o processamento por *HPT*, aplicando crescentes quantidades de deformação (~100 voltas).

## 2. CAPÍTULO 2 – OBJETIVOS

### 2.1 Geral

O objetivo principal deste trabalho se constitui na obtenção de dados e de maior conhecimento sobre o comportamento mecânico e microestrutural da liga Al-7050 (Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu) com diferentes microestruturas na condição inicial e, posteriormente, quando submetida a elevados esforços de torção por meio da deformação plástica severa na técnica de torção sob alta pressão (*HPT*).

### 2.2 Específicos

- Determinar a diferença de propriedades mecânicas da liga Al-Zn-Mg-Cu após *HPT* com diferentes microestruturas iniciais: com precipitação (extrudada) e sem precipitação (solubilizada);
- Determinar o tamanho de grão das diferentes condições iniciais em diferentes graus de deformação da liga;
- Verificar, por meio de microscopia eletrônica de varredura, transmissão e raios-x, a evolução das estruturas granulares das duas diferentes condições iniciais da liga Al-Zn-Mg-Cu durante o processamento por *HPT*;
- Avaliar a validade da relação de Hall-Petch das diferentes condições nas amostras processadas por *HPT*;
- Comparar os níveis de deformação necessários para atingir a condição de equilíbrio (patamar de saturação) estrutural e mecânico da liga Al 7050 processada por *HPT*;
- Verificar ocorrências de fenômenos como fragmentação, dissolução, precipitação e/ou segregação nas amostras processadas por *HPT*.

### 3. CAPÍTULO 3 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo, será realizado um breve resumo sobre as características da liga Al-Zn-Mg-Cu. Posteriormente, serão apresentados conceitos de deformação plástica severa e alguns importantes trabalhos sobre o tema serão listados. Por fim, será tratado com uma maior riqueza de detalhes o processamento por *HPT* as influências desse processo de deformação na microestrutura e nas propriedades mecânicas das ligas de alumínio, especialmente, nas ligas da série 7xxx.

#### 3.1 Al-Zn-Mg-Cu (Ligas de alumínio da série 7xxx)

O alumínio é o metal não-ferroso mais utilizado no planeta e suas aplicações variam desde latas de bebidas até componentes aeroespaciais. O alumínio metálico na sua forma mais pura não apresenta propriedades muito atrativas, porém, quando combinado com outros elementos químicos, as ligas de alumínio tendem a apresentar propriedades como alta resistência mecânica, ductilidade, alta resistência a corrosão, boa condutividade elétrica, tudo isso aliado ao baixo peso.

As ligas de alumínio da série 7xxx são caracterizadas por apresentarem como principal elemento de liga o zinco (Zn), presente em maior quantidade, além de outros elementos principais como o magnésio (Mg) e o cobre (Cu), por isso, essa série também é conhecida como ligas Al-Zn-Mg-Cu (SHEPPARD, 1999). Essas ligas apresentam alta resistência mecânica e alta resistência a fadiga, sendo, amplamente, utilizadas na indústria aeroespacial (MAZZER *et al.*, 2013a). Essas características são alcançadas, principalmente, devido à formação de precipitados finos e bem dispersos, obtidos por tratamento térmico de envelhecimento. A principal fase que se precipita é a fase  $\eta$ , com estequiometria química próxima a composição  $MgZn_2$  (AZARNIYA; TAHERI; TAHERI, 2019; BERG *et al.*, 2001; LEE *et al.*, 2021; SHA; CERESO, 2004). A partir de uma solução sólida supersaturada, a sequência de fases precipitadas pode ser assim definida: Solução supersaturada  $\rightarrow$  Zonas Guinier-Preston (*GP zones*)  $\rightarrow \eta' \rightarrow \eta$  (estável)(JACUMASSO *et al.*, 2019).

Para ligas multifásicas, como o caso da liga Al-Zn-Mg-Cu, dependendo das condições de processamento e da composição química, outras fases podem ser formadas, caso das fases S ( $Al_2CuMg$ ) ou  $Al_7Cu_2Fe$ , denominados intermetálicos. Geralmente, essas fases são indissolúveis ou requerem tratamentos térmicos especiais para completa dissolução (DENG; YIN; CONG, 2012). Além do aumento de propriedades mecânicas pelo fenômeno de precipitação, outros métodos podem ser utilizados para incremento de propriedades como os processos de conformação

mecânica, incluindo os processos de deformação plástica severa, que serão abordados na próxima seção (seção 3.2).

### 3.2 Deformação plástica severa (*SPD - severe plastic deformation*)

A deformação plástica severa é um processo de conformação mecânica, na qual são aplicadas altas quantidades de deformação em determinada amostra de material, objetivando alcançar níveis ótimos de propriedades mecânicas por meio de um significativo refino de grão ( $< 1 \mu\text{m}$ ). O processo também se caracteriza por não haver uma alteração significativa das dimensões gerais do material (LANGDON, 2013; VALIEV *et al.*, 2016; VALIEV; ISLAMGALIEV; ALEXANDROV, 2000; VALIEV; LANGDON, 2006).

O aumento da resistência do material a partir do refino de grão pode ser expressa em termos da relação de Hall-Petch (HALL, 1951; PETCH, 1953), conforme Equação 3.1:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-\frac{1}{2}} \quad \text{Equação 3.1}$$

na qual se relaciona a tensão de escoamento ( $\sigma_y$ ) com o inverso do tamanho de grão do material ( $d$ ).  $\sigma_0$  é a tensão de cisalhamento e  $k_y$  a constante de escoamento. Vale destacar que, para processamentos a temperatura ambiente, a conformação plástica e o conseqüente refino de grão nos materiais ocorrem, preferencialmente, por intermédio de movimentação de discordâncias. Da relação de Hall-Petch conclui-se que o aumento da resistência mecânica em metais policristalinos pode ser alcançado por um refinamento de grãos.

Os estudos sobre deformação plástica severa se iniciaram na década de 40, nos trabalhos conduzidos pelo professor W. Bridgman (P. W. BRIDGMAN, 1964). Porém, somente anos depois, em 1988, Valiev e colaboradores (VALIEV *et al.*, 1988) clamaram a atenção da comunidade científica internacional sobre a produção de grãos ultrafinos por deformação plástica severa em metais leves. Do ponto de vista científico, os estudos sobre deformação plástica severa podem ser considerados recentes, porém são observados uma enorme variedade de trabalhos nesse campo de pesquisa fazendo uso de diferentes materiais e técnicas, reforçando ainda mais a importância desse tema para a área de ciência e de engenharia de materiais (VALIEV; LANGDON, 2017).

Como mencionado na introdução deste trabalho, existem algumas técnicas para processar materiais sobre deformação severa, sendo que as principais são o processo de prensagem em canal angular, do inglês *ECAP - equal channel angular pressing* (VALIEV; LANGDON, 2006), a deformação por fricção ou *FSP - friction stir processing* (KUMAR *et al.*, 2017a), a técnica de *ARB -*

*accumulative roll-bonding* (SAITO *et al.*, 1999) e a torção sob alta pressão, usualmente, conhecida como *HPT – high pressure torsion* (EDALATI; HORITA, 2016).

Dentre essas técnicas, as mais difundidas e estudadas são os processos de *HPT* e *ECAP*, principalmente, por serem de fácil operação e melhor controle e estabilidade dos parâmetros de processo. De uma maneira geral, a literatura comprova que o processamento por *HPT* tende a ser considerado mais efetivo do que o processamento por *ECAP*, principalmente, no que diz respeito à eficiência no refino de grão (ZHILYAEV; LANGDON, 2008). Além disso, as elevadas pressões hidrostáticas, aplicadas no processo por *HPT*, evitam quebras e rachaduras no material processado, permitindo aplicar deformações cada vez maiores, mesmo em materiais com baixa formabilidade e com baixas temperaturas de trabalho, e tornando essa técnica ainda mais vantajosa (ALIZADEH *et al.*, 2017; CHO *et al.*, 2014; EDALATI *et al.*, 2012; SHAHMIR *et al.*, 2018). Em contrapartida, vale mencionar que as altas pressões hidrostáticas impostas no material durante o *HPT* tendem a aumentar a temperatura do material durante o processamento, embora de forma não significativa, de modo que se dissipem devido as pequenas dimensões da amostra (EDALATI *et al.*, 2018; FIGUEIREDO *et al.*, 2012b; PEREIRA *et al.*, 2014b). Pelos fatores acima mencionados, decidiu-se utilizar a técnica de *HPT* na liga de alumínio do presente trabalho. Na próxima seção, será apresentada uma breve explicação dos fundamentos e dos princípios da técnica de *HPT*.

### 3.2.1 TORÇÃO SOB ALTA PRESSÃO (*HPT - High pressure torsion*)

No processamento por *HPT*, uma amostra, geralmente, na forma de um fino disco (~10 mm de diâmetro e ~0,7 mm de espessura) sofre deformação devido a tensões de cisalhamento, enquanto se aplica alta pressão hidrostática sobre o material por meio de dois cilindros maciços. Existem três principais equipamentos para aplicação da técnica de *HPT*, sendo classificados de acordo com o tipo de restrição do fluxo mecânico na direção radial da amostra durante a compressão. Essa restrição pode ser total (*constrained*), parcial (*quase-constrained*) ou livre (*unconstrained*) (HOHENWARTER *et al.*, 2009). O comportamento do fluxo de material para esses diferentes equipamentos foi examinado pelo método de elementos finitos e pode ser constatado no trabalho conduzido por Pereira e colaboradores (PEREIRA *et al.*, 2014a). Na prática, o equipamento mais utilizado (e também aplicado nesta pesquisa) é o que restringe, parcialmente, o fluxo do material entre os cilindros (*quase-constrained*).

De acordo com Pereira (PEREIRA *et al.*, 2015), a técnica de *HPT* caracteriza-se como sendo de duplo estágio. Estágio 1, compressão: inicialmente, insere-se o material em uma cavidade

localizada no cilindro inferior e aplica-se uma carga crescente até atingir a pressão pretendida. Estágio 2, compressão-torção: nessa etapa, com a pressão constante aplicada no 1º estágio, submete-se o material a um esforço torcional. Esse esforço de torção deve-se à rotação de um dos cilindros maciços, à velocidade constante. Geralmente, o cilindro superior aplica a pressão e o cilindro inferior rotaciona. A Figura 3.1 apresenta uma ilustração esquemática do processo.

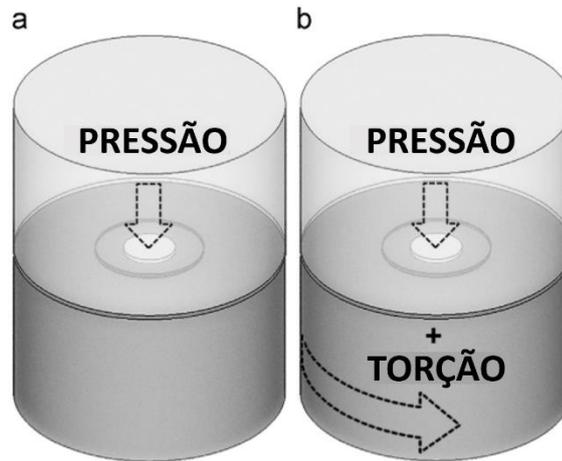


Figura 3.1: Processo de *HPT* em dois estágios: (a) Estágio de compressão, no qual uma carga é aplicada na amostra para atingir a pressão desejada e; (b) Estágio de compressão-torção, no qual uma velocidade angular é aplicada a um dos cilindros. Adaptado de (PEREIRA *et al.*, 2015).

As principais forças atuantes no processo de *HPT* são de compressão e de torção. Essas forças, quando combinadas, deformam as superfícies do material causando uma deformação por cisalhamento. A deformação equivalente por *HPT* pode ser estimada pela seguinte relação (Equação 3.2) (VALIEV *et al.*, 1996):

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2 \cdot \pi \cdot N \cdot r}{\sqrt{3} \cdot h} \quad \text{Equação 3.2}$$

Na qual  $N$  é o número total de voltas/rotações,  $r$  corresponde à distância radial do centro do disco e  $h$  à espessura da amostra. A Equação 3.2 baseia-se na relação de Von Mises e sua acurácia pôde ser comprovada no trabalho de Jonas e colaboradores (JONAS; GHOSH; TOTH, 2014). Dessa relação, observa-se que a deformação imposta no material tende a ser maior quando há um aumento do número de rotações, ao longo do raio do disco, considerando a espessura  $h$  constante. Num primeiro momento, pode-se concluir que a maior deformação ocorre próxima às bordas dos discos. Além disso, pode-se supor que não haverá deformação no centro do disco, na qual  $r = 0$ . Em verdade, essa teoria não é, totalmente, satisfeita, pois ocorrem deformações residuais no centro do disco. Isso pode ser explicado pelas altas pressões impostas na etapa de compressão e pelas heterogeneidades que podem surgir durante o processamento do *HPT*. Essas

heterogeneidades, no centro e ao longo do raio do disco, foram comprovadas fazendo uso de simulações de elementos finitos, conforme demonstrado nos trabalhos de Figueiredo (FIGUEIREDO *et al.*, 2012a, 2013; FIGUEIREDO; CETLIN; LANGDON, 2011; PEREIRA; FIGUEIREDO, 2019).

Em resumo, nesta seção foram abordados os principais fundamentos e as principais características da técnica de deformação severa por *HPT*. Pontos discutidos:

- Relação de Hall-Petch;
- A técnica de *HPT* consiste em aplicar compressão e, posteriormente, torção;
- O corpo de prova para o processamento por *HPT*, geralmente, consiste em um disco com ~10 mm de diâmetro e ~0.7 mm de espessura;
- A deformação efetiva aumenta ao longo do raio do disco (próximo as bordas);
- A distribuição de deformação é heterogênea ao longo do raio do disco.

A próxima seção tem por objetivo apresentar a influência do processamento por *HPT* no comportamento microestrutural e mecânico, com foco na aplicação em ligas de alumínio.

### **3.3 Comportamento da microestrutura em ligas de alumínio processadas por *HPT***

Nesta seção será abordado o comportamento microestrutural de ligas de alumínio que sofreram processamento por *HPT*. O foco desta revisão estará nos fenômenos relacionados, principalmente, ao que ocorre nas ligas da série 7xxx, que mais se aproximam do material em estudo, porém, não será limitado apenas a esse grupo de materiais. De início, será apresentado o mecanismo de refino de grão de ligas processadas por *HPT*. Posteriormente, será abordada a influência de alguns fatores, como por exemplo, a condição inicial da microestrutura e a composição química, na evolução microestrutural desses materiais, quando submetidos a deformação por *SPD*. Serão abordados alguns fenômenos importantes como segregação de átomos de soluto, dissolução e precipitação dinâmica.

#### **3.3.1 EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA APÓS PROCESSAMENTO POR *HPT***

Os processos de deformação plástica severa têm uma ótima capacidade de refinar a microestrutura do material, geralmente, transformando o tamanho de grão inicial da ordem de micrometros para tamanhos finais na ordem de nanômetros (< 1  $\mu\text{m}$ ). A capacidade de refino, proveniente das técnicas de deformação severa, pode ser explicada utilizando o mecanismo proposto por Liu e colaboradores (LIU *et al.*, 2014), em ligas de Al-Mg processadas por *HPT*, conforme pode ser visualizado na ilustração esquemática da Figura 3.2. De maneira resumida, a

imposição de altas deformações induz ao expressivo aumento de defeitos, especialmente, as discordâncias. Com a continuidade da deformação, esses defeitos tendem a se reorganizar em pequenas células (células de discordâncias) dentro da estrutura de grãos. Posteriormente, com o aumento da conformação, as discordâncias evoluem para formar os subgrãos e, subseqüente, os contornos de grão. Embora as ligas de alumínio da série 7xxx tenham composições químicas e aplicações diferentes das ligas de Al-Mg (série 5xxx), o mecanismo assemelha-se para diversos materiais e, geralmente, explica com assertividade o que acontece com a microestrutura de ligas de alumínio no aumento da deformação plástica severa. Com a continuidade do processo de deformação, sabe-se que a microestrutura do material atinge um nível máximo de densidade de discordâncias que se aniquilam a uma mesma taxa em que são geradas, ocorrendo assim uma saturação e posterior homogeneização da microestrutura (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

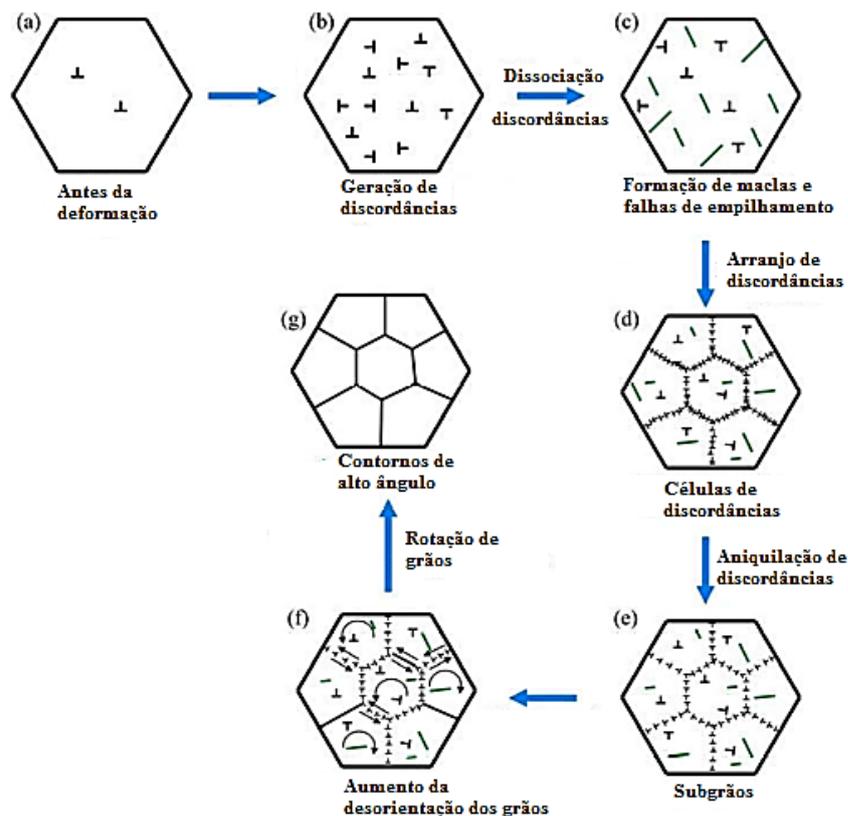


Figura 3.2: Ilustração esquemática do mecanismo de refino de grão em ligas de alumínio processadas por deformação plástica severa. Adaptado de (Liu et al., 2014).

O processo de refino de grãos em materiais cúbicos de face centrada (CFC) com alta energia de falha de empilhamento (EFE), na qual fazem parte o alumínio e suas ligas, pode ser revisado no trabalho de Cao e colaboradores (CAO *et al.*, 2018). Em suma, o Autor divide o processo em 5 estágios, de forma semelhante a que foi proposta na Figura 3.2, e reafirma que a deformação plástica severa induz ao processo de refino de grão, principalmente, devido a mobilidade dos

defeitos, sobretudo, o de movimentação de discordâncias. Outros trabalham que explicam o mecanismo de refino são: (LIU *et al.*, 2010; SUN *et al.*, 2007).

A Figura 3.3 apresenta o mecanismo de refino de uma liga Al-3%Mg processada por *HPT* com diferentes números de voltas, corroborando com o que foi, previamente, mencionado. As microestruturas foram analisadas por microscopia eletrônica de transmissão na região próxima ao centro do disco. Nota-se como as microestruturas se equivalem ao mecanismo proposto na Figura 3.2: após  $\frac{1}{4}$  de volta, observa-se uma grande quantidade de discordâncias em um emaranhado pouco nítido. Próximo a 5 rotações, a microestrutura se assemelha a de células de discordâncias, enquanto para 10 voltas o material parece apresentar grãos equiaxiais e bem refinados, o que sugere a presença de contornos de alto ângulo. Inicialmente, o material sem processamento apresentava tamanho de grão na ordem de 830  $\mu\text{m}$ , e, após 10 rotações, o tamanho de grão atingiu valores  $\sim 190$  nm (valores na tabela abaixo das imagens), o que comprova a eficiência do refino por meio de deformação plástica severa em uma liga de alumínio com 3% de Mg (LEE *et al.*, 2016).

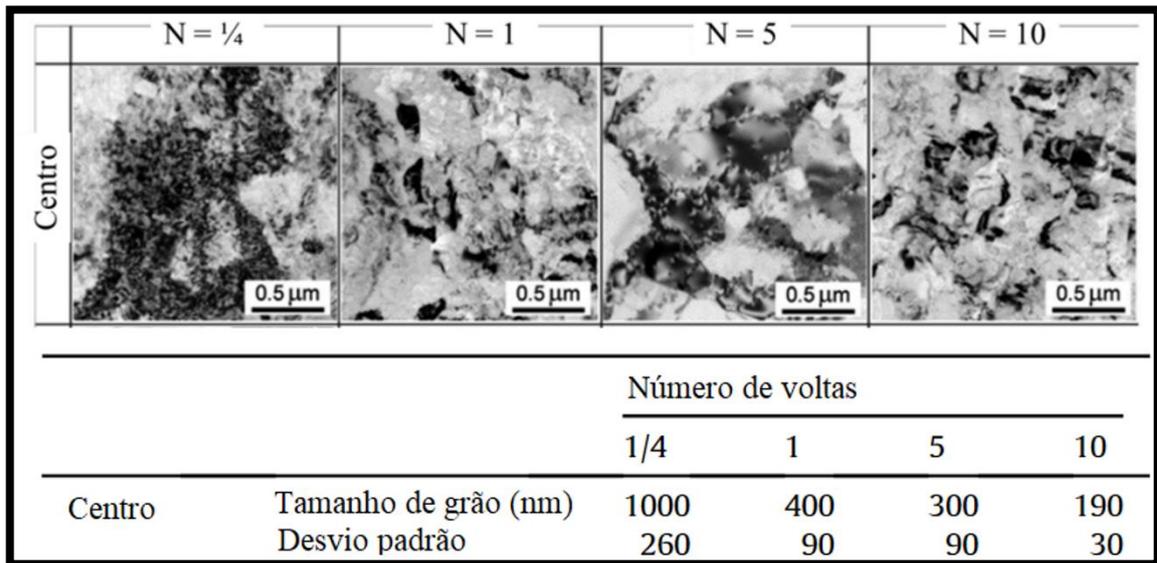


Figura 3.3: Evolução da microestrutura e do tamanho de grão de uma liga Al - 3% Mg processada por  $\frac{1}{4}$ , 1, 5 e 10 voltas de *HPT*. As imagens foram obtidas por microscopia eletrônica de transmissão próximas ao centro do disco. Adaptado de (LEE *et al.*, 2016).

Diferentemente da liga binária Al-3%Mg, as ligas Al-Zn-Mg-Cu possuem uma maior quantidade de elementos de liga em sua composição. Nesses casos, são observados excelentes níveis de refinamento, inclusive, como será visto na seção seguinte (3.3.2), um aumento da quantidade de elementos em solução sólida tende a contribuir para o refino de grão. Para exemplificar, a Figura

3.4 exibe a microestrutura de uma liga Al-5,6%Zn-2,5%Mg-1,6%Cu (Al-7075) processada por *HPT*. A Figura 3.4a mostra o material na condição recozida, com tamanho médio de grão na ordem de 450  $\mu\text{m}$ , ao passo que a Figura 3.4b exibe o material processado após 5 voltas de *HPT*, com tamanho final médio de 250 nm (SABBAGHIANRAD; KAWASAKI; LANGDON, 2012a), atestando assim a capacidade de refino em ligas da família da série 7xxx processadas por *HPT*.

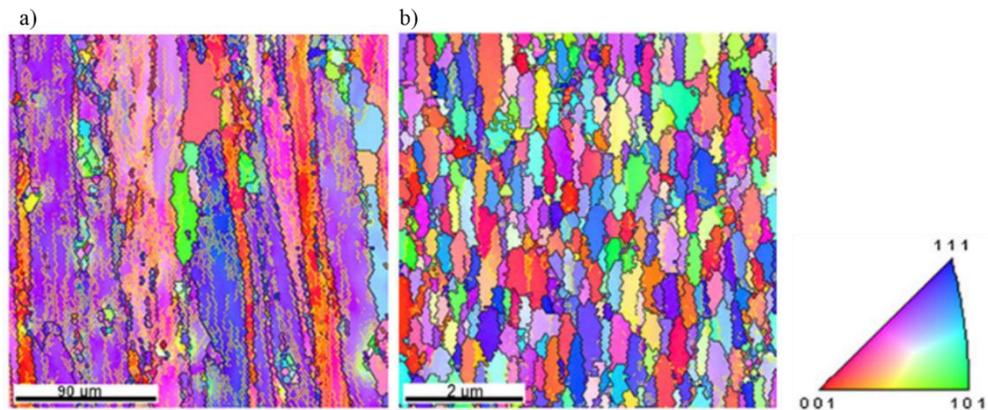


Figura 3.4: Imagens da liga Al-7075 na (a) condição recozida e (b) após processamento por *HPT* com cinco voltas próximas as bordas do disco. Adaptado de (SABBAGHIANRAD; KAWASAKI; LANGDON, 2012a).

Por fim, vale mencionar outros importantes trabalhos na literatura que mostram a capacidade de refino em ligas Al-Zn-Mg-Cu processadas por *SPD*: (AFIFI *et al.*, 2017, 2018b; DUAN *et al.*, 2016; SABBAGHIANRAD; LANGDON, 2014a; STOLYAROV *et al.*, 1997a; ZHAO *et al.*, 2004a).

Existem trabalhos mais específicos que abordam o refinamento de grãos de ligas da série 7xxx processadas, exclusivamente, por *HPT*, a saber: (BRODOVA *et al.*, 2011; DUAN *et al.*, 2010a; GARCÍA-INFANTA *et al.*, 2009a; GHOSH; GAO; STARINK, 2012a; ISLAMGALIEV *et al.*, 2001; SABBAGHIANRAD; KAWASAKI; LANGDON, 2012a; WAWER *et al.*, 2009; XU *et al.*, 2009; ZHANG *et al.*, 2019a).

Pontos discutidos nessa seção:

- Mecanismo de refino para ligas de alumínio processadas por *HPT*;
- Exemplos de refinamento em ligas de alumínio processadas por *HPT*;

### 3.3.2 FATORES QUE INFLUENCIAM A EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE LIGAS DE ALUMÍNIO PROCESSADAS POR *HPT*

Como comentado na seção anterior, as ligas de alumínio de uma maneira geral possuem um bom nível de refinamento após serem conformadas por deformação plástica severa. O grau desse

refinamento e, portanto, a evolução microestrutural durante a *SPD* vai depender de alguns fatores como, por exemplo, a composição química do material, as condições de processamento sob as quais está submetida a liga, a microestrutura inicial, a temperatura de processamento, dentre outros.

Num aspecto mais geral, pode-se afirmar que a evolução estrutural do material difere bastante entre materiais puros, ligas binárias e ligas multifásicas (como as ligas Al-Zn-Mg-Cu). Geralmente, a previsão do nível de refino em ligas binárias e multifásicas se torna mais complexa e não segue um comportamento uniforme como nos metais puros, como será visto na seção seguinte (3.3.3). Além disso, outra influência importante deve-se à estrutura do material na condição anterior ao processamento. Em um recente trabalho conduzido por Shima e co-autores em uma liga Al-7075 processada por *ECAP* e *HPT* (SABBAGHIANRAD; ALIREZA TORBATI-SARRAF; LANGDON, 2018), os Autores concluem que o nível de refinamento e a condição de equilíbrio (saturação) que podem ser obtidos por meio de deformação severa dependem, principalmente, da microestrutura inicial do material. Ademais, os Autores afirmam que não existe um tamanho de grão específico que possa ser, razoavelmente, documentado como um tamanho de grão mínimo aplicável ao processamento por *HPT* de qualquer liga selecionada.

A Tabela 3.1 lista a influência de diferentes parâmetros sobre a microestrutura final de materiais submetidos à deformação plástica severa (PIPPAN *et al.*, 2006):

Tabela 3.1: Efeito de diferentes parâmetros na estrutura final dos grãos quando submetidos a deformação plástica severa. Adaptado de (PIPPAN *et al.*, 2006).

<b>Condições de processamento/material</b>	<b>Influência no Tamanho de grão final</b>
<i>Temperatura</i>	Muito alta
<i>Taxa de deformação</i>	Média
<i>Caminho de deformação</i>	Alta
<i>Pressão</i>	Baixa/média
<i>Elementos de liga</i>	<b>Muito alta</b>
<i>Precipitação</i>	<b>Alta</b>
<i>Estrutura cristalina</i>	Baixa
<i>Energia de falha de empilhamento (EFE)</i>	Média

Conforme listado na Tabela 3.1, as condições que mais influenciam a estrutura dos grãos são a temperatura, o caminho de deformação, os elementos de liga e a precipitação. O foco principal da pesquisa consiste em avaliar a liga Al7050 sob diferentes condições iniciais de precipitação, ou

seja, conhecer com mais profundidade o efeito da precipitação na evolução microestrutural e mecânica após *HPT*. Neste trabalho, a influência da temperatura, do caminho de deformação e dos elementos de ligas não serão aprofundados, visto que se mantiveram constantes: o processamento por *HPT* ocorreu à temperatura ambiente e foi utilizada apenas uma liga, sem variação da composição química. Lista-se abaixo alguns trabalhos da literatura sobre a influência de alguns dos parâmetros listados na Tabela 3.1, a saber:

- a) influência da pressão (HOHENWARTER *et al.*, 2009; PEREIRA *et al.*, 2015; ZEHETBAUER *et al.*, 2003; ZHILYAEV *et al.*, 2003);
- b) influência da temperatura e o aumento de temperatura durante o processo de *HPT*: (EDALATI *et al.*, 2011, 2018; FIGUEIREDO *et al.*, 2012b; GHOSH; RENK; PIPPAN, 2017; PEREIRA *et al.*, 2014a, 2014b) e a;
- c) influência do caminho de deformação: (KAWASAKI; LANGDON, 2008a).

Para melhor entendimento, a seção abaixo inicia com uma breve introdução sobre a influência dos elementos de liga e, posteriormente, é apresentada a influência das partículas de segunda fase sobre a evolução microestrutural de ligas de alumínio processadas por deformação severa.

### 3.3.3 INFLUÊNCIA DOS ELEMENTOS DE LIGA E DAS PARTÍCULAS DE SEGUNDA FASE NA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE LIGAS DE ALUMÍNIO PROCESSADAS POR *HPT*

A priori, é importante entender como os elementos de liga influenciam a microestrutura (de ligas de alumínio) durante o processamento por deformação plástica severa. De uma maneira geral, observa-se que quanto maior a quantidade de solutos, menor o tamanho final do grão. O mecanismo de refino de grão depende da movimentação de defeitos, principalmente, das discordâncias, conforme explicado na seção 3.3.1 (Figura 3.2). Por outro lado, os átomos em solução sólida tendem a interagir, fortemente, com esses defeitos, afetando sua mobilidade influenciando a evolução da microestrutura e, conseqüentemente, o tamanho final do material. Observa-se que, após a formação dos contornos de alto ângulo e com a continuidade da deformação, materiais com alta energia de falha de empilhamento (EFE), como o alumínio e suas ligas, tendem a apresentar processos de recuperação. Nesses casos, a diminuição da mobilidade dos defeitos, devido à quantidade de solutos, restringe e dificulta a ocorrência de recuperação, limitando por exemplo, um possível aumento do tamanho do grão. Além da forte interação soluto-defeitos, há uma diminuição da energia de falha de empilhamento do alumínio em razão de átomos de soluto como zinco, magnésio e cobre, diminuindo a possibilidade de ocorrência de fenômenos que auxiliam a movimentação de discordâncias, como é o caso de deslocamento cruzado e escalada (BRUDER *et al.*, 2018). Portanto, todas essas restrições contribuem para uma diminuição

da mobilidade dos defeitos, diminuindo os processos de recuperação, tornando o crescimento de grão mais difícil de ocorrer e, assim, o tamanho de grão final tende a ser menor.

Um exemplo prático desse fenômeno pode ser confirmado no trabalho de Kalsar e colaboradores (KALSAR *et al.*, 2020). Nesse estudo, os Autores calcularam, por diferentes técnicas, a evolução da estrutura de grãos de uma liga de alumínio processada por *ECAP* com o aumento do teor de magnésio. Foi ratificado que a maior quantidade de soluto (aumento da concentração de Mg) tende a diminuir o tamanho de grão final, conforme apresentado na Figura 3.5. De acordo com o trabalho, a adição de Mg diminuiu a EFE reduzindo, assim, a taxa de recuperação do material pelos fenômenos de escalada e de deslocamento cruzado. Além disso, foi corroborado que o aumento dos átomos de soluto tende a reduzir a mobilidade de contornos, impedindo o crescimento de grão.

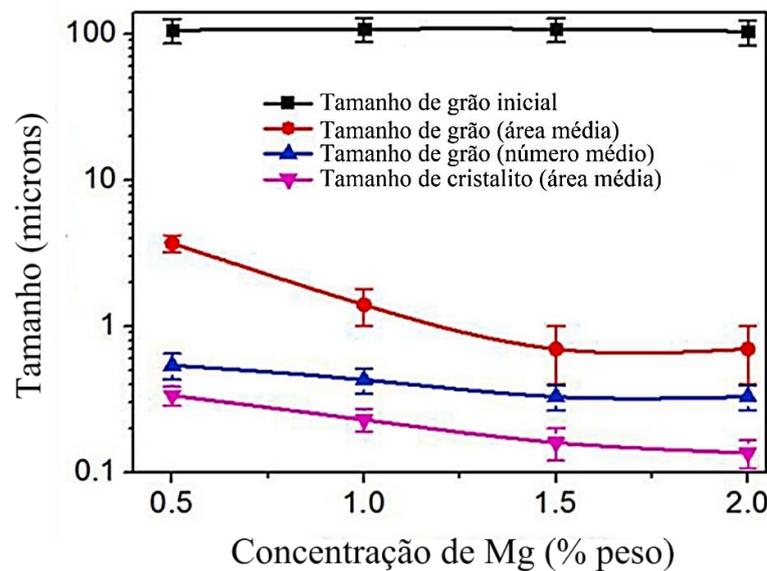


Figura 3.5: Evolução da microestrutura com o aumento do teor de Mg (0,5-2,0%). Adaptado (KALSAR *et al.*, 2020).

Por último, conclui-se que como as ligas da série 7xxx possuem altos teores de elementos em solução sólida, espera-se a ocorrência de bons níveis de refinamento (< 200 nm) por deformação plástica severa.

Da mesma forma que os elementos de liga influenciam a microestrutura das ligas de alumínio, a microestrutura inicial do material antes do processamento tende a afetar a estrutura dos grãos durante e após aplicação de deformação severa. Como relatado no trabalho de Shima (SABBAGHIANRAD; ALIREZA TORBATI-SARRAF; LANGDON, 2018), a microestrutura inicial tem

papel fundamental no refino de grão e níveis de saturação do metal e, conseqüentemente, nas propriedades finais. Neste trabalho, uma liga Al-7075 foi, inicialmente, processada por *HPT* e outra parte desse material foi processado por uma combinação de *ECAP* + *HPT*. As amostras que, anteriormente, foram processadas por *ECAP* apresentaram um melhor refinamento e maior dureza, ou seja, a condição inicial do material impôs uma condição diferente daquela apenas processada por *HPT*.

Além do diferente tamanho de grão inicial proposto por Shima, é possível que materiais que apresentem precipitados e/ou partículas de segunda fases diversas antes do processamento, apresentem diferenças estruturais durante processamento por *SPD*, bem como no tamanho final do grão. Acredita-se que a evolução estrutural desses materiais vai depender muito da natureza inicial dessas partículas de segunda fase, como: forma (partículas finas ou grosseiras), composição (fases intermetálicas não solúveis, por exemplo) e distribuição. Geralmente, a influência dessas partículas sobre a microestrutura final de determinada liga processada por *HPT* não é muito fundamentada na literatura, visto que a grande maioria dos estudos se baseia em ligas e materiais que já se encontram, inicialmente, no estado solubilizado (antes da aplicação da deformação), ou seja, sem a presença considerável de partículas de segunda fase na matriz. Portanto, vale ressaltar que o trabalho atual busca trazer contribuições também no que tange a esse assunto, uma vez que o objetivo desta pesquisa é o de avaliar a influência das diferentes condições microestruturais iniciais no comportamento estrutural e mecânico de uma liga de alumínio processada por *HPT*.

De antemão, o que se sabe até o momento é que a presença de partículas de segunda fase antes do processamento por *HPT*, a sua distribuição e sua quantidade impõem fatores físicos importantes à mobilidade dos defeitos, que influenciam, conseqüentemente, no refino e nas propriedades finais destes materiais. O trabalho de Markushev e co-autores (MARKUSHEV *et al.*, 2018a) apresenta o efeito de precipitados no refino e nas propriedades mecânicas em ligas Al-Zn-Mg-Cu processadas por *HPT* por 10 voltas. Os Autores concluem que a heterogeneidade microestrutural antes do processamento, realmente, influencia no refino e nas propriedades mecânicas finais. Markushev e colaboradores relatam que as ligas sem precipitados na condição inicial apresentaram melhor refino e maior dureza comparadas com aquelas que tinham precipitados iniciais presentes na matriz. Nesse caso, os Autores explicam que a presença desses precipitados dificulta a formação de contornos de alto ângulo, atuando como uma espécie de 'barreira física', dificultando assim o mecanismo de refino. Dessa forma, no trabalho desses Autores, o estado solubilizado foi considerado ideal em termos de refino e de propriedades mecânicas.

A pesquisa conduzida por Wawer e co-autores (WAWER *et al.*, 2009) também discute alguns desses fenômenos. Nesse trabalho, os Autores afirmam que os precipitados também têm um efeito deletério no processo de refino de grão porquanto presentes na microestrutura do material tendem a inibir o rearranjo de discordâncias e a formação de novos grãos, o que promove um refino mais efetivo do grão nos materiais solubilizados. Os Autores ainda afirmam que os precipitados podem se dissolver na matriz, dependendo do grau de deformação aplicado. Nesses casos, o refino tende a ser mais eficiente após a dissolução desses precipitados na matriz.

#### 3.3.4 TRANSFORMAÇÕES DE FASE INDUZIDAS POR SPD

Dependendo da condição inicial da liga, das condições de processamento, da composição química e da microestrutura, alguns fenômenos podem ser observados na microestrutura do material após deformação plástica severa. Os mais comuns são: Fragmentação (AFIFI *et al.*, 2018a; CABIBBO; EVANGELISTA; VEDANI, 2005; DUAN *et al.*, 2010a; SZCZYGIEL; ROVEN; REISO, 2005; XU *et al.*, 2003, 2005a), dissolução (GUTIERREZ-URRUTIA; MUÑOZ-MORRIS; MORRIS, 2005; MURAYAMA; HORITA; HONO, 2001), segregação e precipitação dinâmica (trabalhos sobre segregação e precipitação serão enfatizados ao longo desta seção). Esses fenômenos são também denominados de transformações de fases (nesse caso induzidas por SPD) e estão, diretamente, associadas com a redistribuição de elementos de ligas na matriz causadas pelas altas deformações impostas pela deformação plástica severa.

Alguns desses fenômenos foram discutidos no trabalho conduzido por Zhang (ZHANG *et al.*, 2019c) em uma liga Al-7075 processada por HPT em diferentes condições: na temperatura ambiente e a 200 °C. Os Autores concluem que o grau de refino e a evolução de alguns desses efeitos como segregação e precipitação estão, fortemente, relacionadas à quantidade de deformação e à temperatura. Nesse estudo, foi observada pouca ocorrência de segregação nas amostras processadas a temperatura ambiente, porém foi constatada ocorrência de precipitação dinâmica, mesmo à temperatura ambiente. Essa precipitação ocorreu, principalmente, nos contornos de grão que serviram como sítios para nucleação dos poucos átomos de soluto ali existentes, influenciada por uma taxa de difusão maior nesses defeitos. O estudo de Zhang e colaboradores foi conduzido em uma liga Al-7075, inicialmente, solubilizada e processada por 10 voltas.

Geralmente, percebe-se que, para um material que se encontra, inicialmente, no estado solubilizado, sem presença significativa de partículas de segunda fase, há uma tendência de que os átomos em solução sólida supersaturada sejam segregados nos contornos de grão com o

aumento da deformação plástica. Além disso, verifica-se que os poucos precipitados existentes se fragmentem e se dissolvem na matriz, podendo, assim, posteriormente, serem segregados nos contornos de grão. De acordo com Sauvage e colaboradores (SAUVAGE *et al.*, 2014), os átomos em excesso dessa solução supersaturada movem-se em direção aos contornos em um processo de difusão a baixas temperaturas, motivados, principalmente, pela elevada quantidade de defeitos presentes na matriz. Esses defeitos, especialmente as lacunas, contêm átomos de soluto que, então, são atraídos para os contornos de grão. Além das lacunas, as discordâncias têm papel importante na segregação de átomos de soluto, conforme apresentado em recentes pesquisas: (CASTRO *et al.*, 2021; DE OLIVEIRA *et al.*, 2021; SILVA *et al.*, 2020). Esse fenômeno de segregação reduz a força motriz para o crescimento de grão, pois diminui a mobilidade das descontinuidades, conforme revisado por Sauvage e colaboradores (SAUVAGE; DUCHAUSSOY; ZAHER, 2019) e outros Autores (BACHMAIER *et al.*, 2010; RENK; PIPPAN, 2019). Isso tende a aumentar a eficiência do refino e, conseqüentemente, ensejar uma melhora nas propriedades mecânicas do material.

Outros trabalhos que abordam a relação entre a segregação e o poder de refino da estrutura em ligas de alumínio: (BOBYLEV *et al.*, 2019; CHEN *et al.*, 2016; LIDDICOAT *et al.*, 2010; SAUVAGE *et al.*, 2014, 2015; SAUVAGE; MURASHKIN; VALIEV, 2011; SHA *et al.*, 2011, 2014; VALIEV *et al.*, 2010; ZHANG *et al.*, 2019c).

Ademais, como mencionado, a segregação de átomos nos contornos de grão pode auxiliar na estabilização dessas microestruturas, o que pode levar a um incremento de outras propriedades mecânicas e, não somente, a melhora no refino. Algumas dessas propriedades que podem ser citadas são: fadiga, tenacidade, resistência à corrosão e estabilidade térmica. O trabalho de Devaraj e colaboradores (DEVARAJ *et al.*, 2019) fornece um resumo sobre estabilidade dos contornos de grão devido ao fenômeno de segregação. Além desse resumo, outros trabalhos que mostram a estabilidade microestrutural em ligas de alumínio: (HOHL *et al.*, 2021; KOJU; MISHIN, 2020; PUN *et al.*, 2017).

Outro fenômeno a ser destacado é o da precipitação dinâmica, tratando-se de formação de precipitados com o aumento do grau de deformação plástica, mesmo a baixas temperaturas homólogas ( $< 0,4T_f$ ). Na verdade, a segregação nos contornos de grão, como visto, anteriormente, tende a influenciar a precipitação durante o processo de deformação severa, tendo em vista que a ocorrência de precipitação é maior nos contornos de grão, em razão da maior ocorrência de átomos disponíveis. Uma ressalva importante é que o tipo de precipitado influencia o processo de precipitação dinâmica: precipitados na fase metaestáveis possuem mais tendência a se dissolverem, enquanto precipitados estáveis têm maior tendência de crescerem (SHA *et al.*, 2009).

Como a precipitação é conhecida como um dos principais mecanismos de endurecimento em metais, conclui-se que, após a precipitação dinâmica, há uma tendência de aumento da resistência mecânica da liga deformada. Importante observar que a precipitação dessas partículas e a sua dissolução, como visto anteriormente, podem vir a acontecer, concomitantemente, e em competição umas com as outras, levando à concentração de equilíbrio dessas segundas fases (STRAUMAL *et al.*, 2017).

A Figura 3.6 mostra alguns dos fenômenos acima mencionados como dissolução, segregação e precipitação dinâmica em uma liga Al-Zn-Mg-Cu processada por HPT (ZHANG *et al.*, 2019c). Estudos ainda indicam que para ligas de alumínio, especialmente as da série 7xxx, nas quais há tendência a formação de precipitados de  $MgZn_2$  observa-se que os precipitados, inicialmente, tendem a retardar o refino de grão. Muitas pesquisas indicam que a energia imposta pela SPD seria usada para fraturar, fragmentar e dissolver/precipitar dinamicamente esses precipitados, de modo que a energia usada para refinar a matriz diminuiria (MURAYAMA; HORITA; HONO, 2001; SHA *et al.*, 2010; XU *et al.*, 2005b). Outros trabalhos relevantes sobre a importância da precipitação: (GARCÍA-INFANTA *et al.*, 2009a; ROVEN; LIU; WERENSKIOLD, 2008; SAUVAGE *et al.*, 2015; SHA *et al.*, 2009; STRAUMAL; KORNEVA; ZIEBA, 2014; ZHAO *et al.*, 2018).

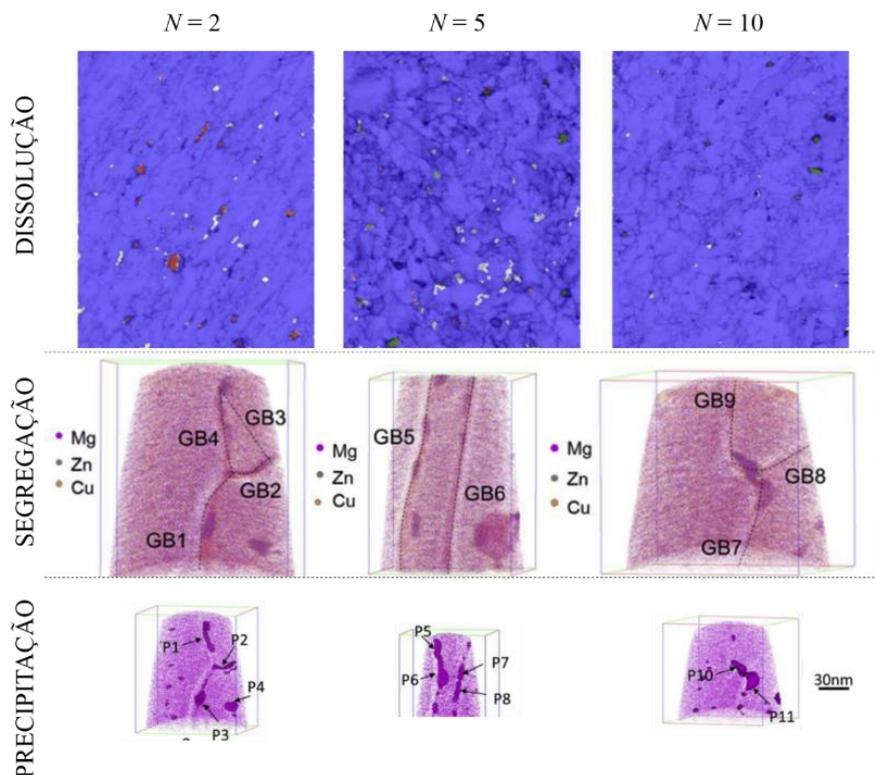


Figura 3.6: Dissolução, segregação e precipitação de uma liga Al-Zn-Mg-Cu processada por 2, 5 e 10 voltas de HPT na temperatura ambiente. Partículas em vermelho na dissolução são precipitados de  $MgZn_2$ .

Legenda: GB = contornos de grão e P = precipitados. Adaptado de (ZHANG *et al.*, 2019c).

Por último, vale mencionar que a avaliação de todos esses fenômenos, como o refino de grão, a transformação de fases, a segregação, a precipitação, dentre outros, pode ser obtida por técnicas já difundidas na literatura. Algumas dessas técnicas são: microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão (MET) (BAZARNIK *et al.*, 2015), Difração por elétrons retro-espalhados (*Electron Back-Scattered Diffraction – EBSD*) (SABBAGHIANRAD *et al.*, 2014), difração por raios-x e calorimetria diferencial (GAO; STARINK; LANGDON, 2009).

Em resumo, nesta seção foi abordada a influência da deformação plástica severa na microestrutura de uma liga deformada e buscou-se entender um pouco mais sobre alguns parâmetros de processo e da natureza da liga que influenciam o comportamento microestrutural em ligas de alumínio. Foram apresentados alguns fatores que influenciam a evolução microestrutural do material processado por *HPT* como a composição química, condições de processo e precipitação. Também foram elucidadas algumas transformações de fases, induzidas por deformação como a segregação e a precipitação dinâmica.

Pontos discutidos nesta seção:

- Quanto maior a quantidade de elementos em solução sólida, maior a eficiência de refino;
- A microestrutura inicial tem papel fundamental no refino de grão e, conseqüentemente, nas propriedades finais do material;
- As partículas de segunda fase podem apresentar fenômenos distintos, dependendo da temperatura e do grau de deformação severa. Alguns desses fenômenos são: fragmentação, dissolução, segregação e precipitação dinâmica. Todos esses fenômenos em algum momento interferem na evolução microestrutural e nas propriedades mecânicas do material.

### **3.4 Propriedades mecânicas em ligas de alumínio processadas por *HPT***

Nesta seção serão abordados os comportamentos mecânicos de ligas de alumínio que sofreram processamento por *HPT*. Após avaliar a evolução microestrutural desses materiais, será apresentada a influência desses fenômenos nas propriedades mecânicas dessas ligas.

#### **3.4.1 RELAÇÃO DE HALL-PETCH**

Na seção anterior, foram abordados os principais fenômenos microestruturais que ocorrem nas ligas de alumínio após processamento por *SPD/HPT*. É sabido que as propriedades mecânicas

estão diretamente relacionadas à microestrutura do material, dessa forma é importante entender um pouco mais como essas microestruturas afetam o comportamento mecânico dessas ligas. Um dos fenômenos mais relevantes, que pode ser observado em materiais processados por *SPD*, é o expressivo aumento de resistência mecânica quando há uma diminuição do tamanho de grão do material. Geralmente, são encontrados altos valores de resistência mecânica para ligas processadas por *SPD*, quando comparadas às ligas sem processamento, visto que após deformação plástica severa há formação de grãos ultrafinos ( $< 1 \mu\text{m}$ ). Essa relação de aumento da resistência mecânica pela diminuição do tamanho de grão é bem difundida na literatura e foi, primeiramente, abordada na década de 50 pelos pesquisadores Hall e Petch (HALL, 1951; PETCH, 1953), fenômeno hoje conhecido como Relação de Hall-Petch, conforme mostrado anteriormente na Equação 3.1.

A relação de Hall-Petch pode ser, perfeitamente, observada em ligas de alumínio processadas por deformação plástica severa. Furukawa e colaboradores (FURUKAWA *et al.*, 1996) comprovaram a existência de uma correlação direta entre a resistência mecânica do material com o inverso do seu tamanho de grão (relação de Hall-Petch) em uma liga Al-3%Mg processada por *HPT*. Conforme apresentado na Figura 3.7, resta claro que a diminuição do tamanho de grão tende a aumentar os valores de microdureza. A relação de Hall-Petch nesse estudo pode ser evidenciada até tamanhos de grão próximos a  $\sim 90 \text{ nm}$ . A aparente mudança na inclinação em tamanhos de grão próximos a  $\sim 150 \text{ nm}$  deve-se a desvios nos valores de dureza obtidos.

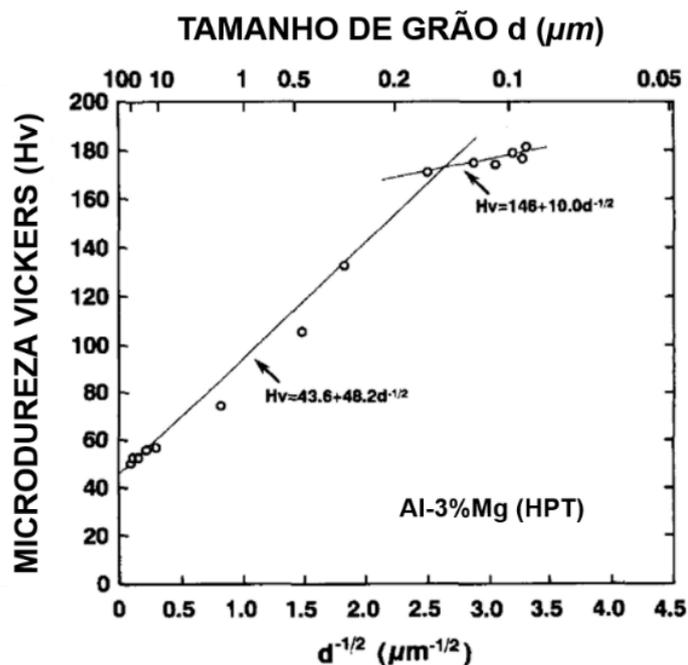


Figura 3.7: Variação da microdureza Vickers com o inverso do tamanho de grão para uma liga Al-3%Mg processada por *HPT*. Adaptado de (FURUKAWA *et al.*, 1996).

Anteriormente, Valiev e colaboradores (VALIEV *et al.*, 1992) também apresentaram uma correlação direta entre dureza e tamanho de grão para uma liga de alumínio com 1,5% Mg (Al-1,5%Mg) processada por *HPT*. Recentemente, Balasubalarian e Langdon (BALASUBRAMANIAN; LANGDON, 2016) realizaram resumo sobre a relação de Hall-Petch para ligas de alumínio processadas por *SPD*. Ademais, outras contribuições importantes devem ser mencionadas, como: (BAZARNIK *et al.*, 2015, 2016; LOUCIF *et al.*, 2012; MEYERS; MISHRA; BENSON, 2006; PEREIRA *et al.*, 2017; VALIEV *et al.*, 2010). Portanto, pode-se afirmar que a relação de Hall-Petch é bem fundamentada em ligas de alumínio processadas por deformação severa, sendo assim, deve-se esperar que os materiais a base de alumínio processados por *SPD* apresentem uma relação direta entre a diminuição do tamanho de grão com o um aumento da resistência mecânica.

Em grande parte dos trabalhos, a resistência mecânica de materiais processados por *HPT* é mensurada pela propriedade da dureza (*Hardness - H*). Isso acontece devido a uma limitação no tamanho da amostra que, normalmente, apresenta ~10 mm de diâmetro. Com esse tamanho, a fabricação e a realização de testes de tração, por exemplo, torna-se complexa e custosa. Portanto, na maioria dos casos, utiliza-se o ensaio de microdureza para avaliar a resistência mecânica. Nesses casos, foi comprovado que não há prejuízo na utilização dessa propriedade na estimativa da resistência mecânica. A dureza está diretamente relacionada à tensão de escoamento ( $\sigma_y$ ) por uma razão de  $H \approx 3 \cdot \sigma_y$  (FURUKAWA *et al.*, 1996). Assim, pode-se reescrever a relação de Hall-Petch como sendo (Equação 3.3):

$$H = H_0 + k_d d^{\left(-\frac{1}{2}\right)} \quad \text{Equação 3.3}$$

Na equação acima,  $H$  é a dureza do material, usualmente, medida em Vickers,  $H_0$  e  $k_d$  constantes e  $d$ , o tamanho médio do grão.

A Figura 3.8 apresenta resultados de microdureza Vickers ao longo do diâmetro do disco para amostras da liga Al-7075 processadas por *HPT* com diferentes números de voltas. Primeiramente, observa-se um aumento nos valores de microdureza com o aumento do número de voltas do *HPT*. Esse comportamento pode ser atribuído ao maior refino de grão para um aumento do número de voltas. Pode ser visto também que o aumento do grau de deformação tende a aumentar a microdureza do centro em direção as bordas do disco. Esse comportamento está de acordo com o que foi apresentado na Equação 3.2, na qual a deformação tende a ser maior para um raio crescente, ou seja, deve-se esperar uma deformação heterogênea ao longo do raio, impactando assim nos valores de dureza, que tendem a ser heterogêneos ao longo do diâmetro da amostra.

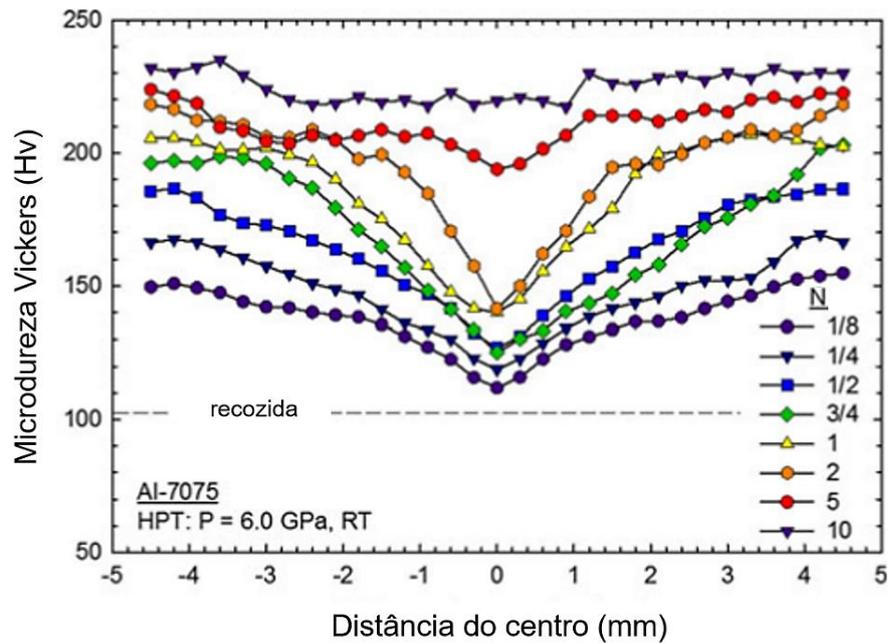


Figura 3.8: Valores de microdureza vickers ao longo do diâmetro do disco para uma liga 7075 processada em diferentes números de voltas de HPT. Legenda: P = pressão e RT = temperatura ambiente (*room temperature*). Adaptado de (SABBAGHIANRAD; KAWASAKI; LANGDON, 2012a).

Ainda de acordo com a Equação 3.2, era de se esperar que os valores de dureza no centro do disco fossem semelhantes ao do material sem processamento, porém, é observado que esses valores são um pouco maiores do que do material no estágio inicial. Esses resultados indicam uma mudança microestrutural no material causada pela pressão hidrostática e outras heterogeneidades do processo. Outro fato digno de ser mencionado da Figura 3.8 são que os valores de dureza entre 5 e 10 voltas parecem ter atingido um estado estacionário (estado de saturação), indicando que o aumento do grau de deformação não tende a alterar os valores das propriedades mecânicas ao longo do raio do disco.

### 3.4.2 ESTADO ESTACIONÁRIO (SATURAÇÃO)

O estado estacionário, ou estado de saturação, normalmente, está relacionado ao fenômeno discutido no início da seção 3.3.1, no qual o aumento da deformação, em certo grau, atinge um nível máximo de densidade de discordâncias e as mesmas acabam se aniquilando a uma mesma taxa em que são geradas, ocorrendo assim uma homogeneização da microestrutura ao longo do raio do disco. Essa homogeneização depende do material que está sendo processado e das condições de processamento, especialmente, do grau de deformação.

Essa ‘saturação’ nos valores de propriedades mecânicas é um fenômeno comum observado em materiais metálicos processados por deformação severa. Geralmente, esses materiais atingem um limite máximo de dureza, no qual os valores dependem do tipo de material, da microestrutura inicial e das condições de processamento. Conclui-se que a saturação da dureza se deve a uma homogeneidade das microestruturas após certa quantidade de rotações por *HPT*, conforme explicado no trabalho de Sabbaghianrad e colaboradores (SABBAGHIANRAD *et al.*, 2014).

Kawasaki e colaboradores (KAWASAKI *et al.*, 2011) apresentam diferentes resultados com relação ao nível de saturação atingido por diferentes metais processados por *HPT*. Os Autores concluem que quanto maior a quantidade de elementos de liga, maior a deformação necessária para atingir um patamar de saturação. Além disso, os Autores afirmam que não se sabe ao certo qual a deformação necessária para atingir a saturação em ligas quimicamente mais complexas, caso das ligas de alumínio da série 6xxx e 7xxx. A Figura 3.9 demonstra o que foi comentado, ilustrando a homogeneização dos valores de dureza para uma liga Al 1050 (alumínio comercialmente puro) após processamento por 5 voltas de *HPT* e a evolução microestrutural de uma liga Al 6061 para um mesmo grau de deformação. A liga Al 6061 não atingiu patamar de saturação para a deformação imposta nesse estudo.

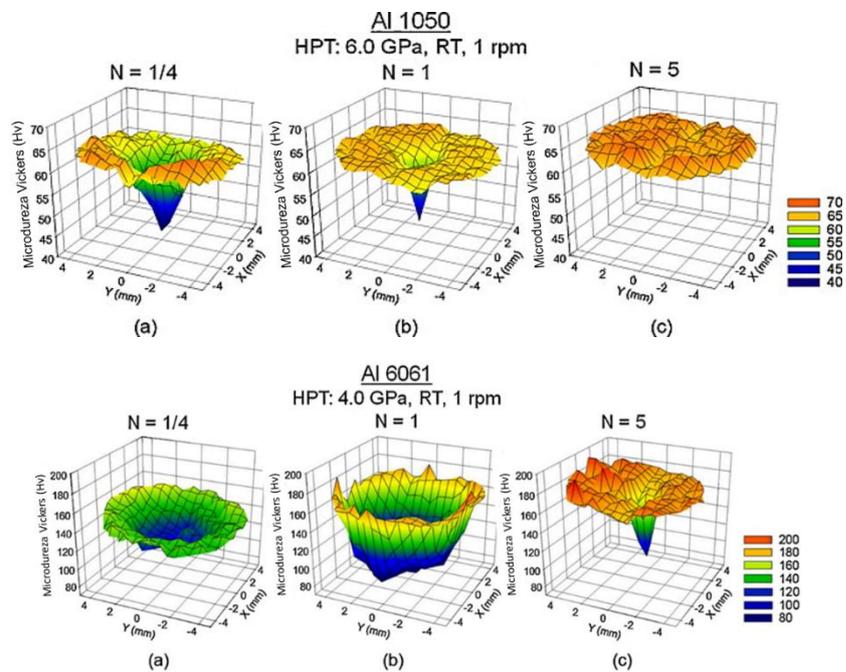


Figura 3.9: Evolução da microdureza Vickers para alumínio comercialmente puro após (a)  $\frac{1}{4}$ ; (b) 1 e (c) 5 voltas de *HPT* e para a liga Al 6061. Legenda: RT = temperatura ambiente (*room temperature*). Adaptado de (KAWASAKI *et al.*, 2011).

Como mencionado, o nível de saturação depende do tipo de material e das condições de processamento. Para ilustrar esse fenômeno em ligas da família da série 7xxx, a Figura 3.10 apresenta os valores de microdureza em função da deformação equivalente (Equação 3.2) para a liga Al-7075 processada por *HPT* e por *ECAP + HPT*. Nesse trabalho, foi concluído que o nível de saturação final depende da condição inicial da microestrutura antes do processamento.

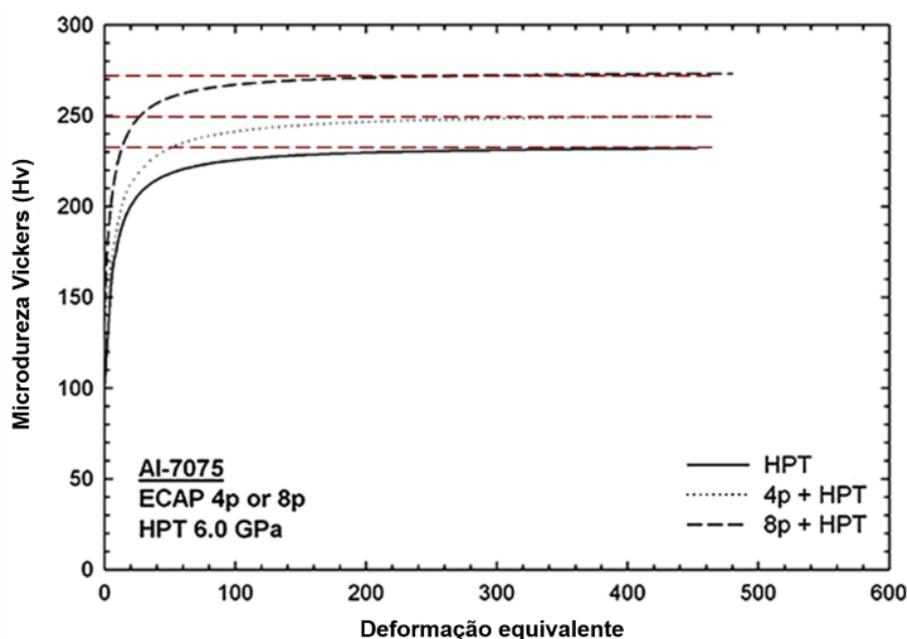


Figura 3.10: Valores de microdureza Vickers com o aumento da deformação equivalente ( $\epsilon$ ) para uma liga 7075 processada por *HPT* e *ECAP + HPT* (SABBAGHIANRAD; LANGDON, 2015a).

A condição de saturação, por meio da qual a dureza aumenta e, posteriormente, se estabiliza pode ser observada na maioria dos materiais metálicos, inclusive nas ligas de alumínio, e sua ocorrência deve-se à condição de equilíbrio produzida quando a taxa de aniquilamento de discordâncias (recuperação) torna-se igual a taxa de geração das mesmas. Importante destacar que, para processos de deformação plástica com baixas temperaturas homologas, o processo de recuperação dinâmica não é controlado por difusão (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004), mas por movimentação de contornos por deformação (*strain-induced grain boundary migration*) (PIPPAN *et al.*, 2010; RENK; PIPAN, 2018, 2019).

Existem outras tendências da curva de dureza com deformação equivalentes para outros materiais metálicos e, basicamente, podem ser explicadas pela facilidade ou pela dificuldade do material sofrer processos de recuperação. A Figura 3.11 apresenta uma ilustração esquemática de três tendências da variação da dureza com o aumento da deformação equivalente para metais processados por *HPT*. A Figura 3.11a refere-se à condição exemplificada anteriormente, sem

recuperação, fenômeno que se verifica para a maioria dos materiais metálicos, nos quais se observa um aumento de dureza seguido de estabilização. A Figura 3.11b ilustra um fenômeno muito comum para ligas com alta energia de falha de empilhamento, como alumínio primário, nas quais fenômenos de recuperação se tornam predominantes com o aumento da deformação. Nesses casos, observa-se um aumento inicial da dureza e um posterior amolecimento seguido de um patamar de estabilização, conforme o aumento da deformação. Outros trabalhos que abordam fenômenos de amolecimento em ligas metálicas são (APARECIDA *et al.*, 2020; CIBELY *et al.*, 2019; EDALATI; HORITA, 2011; GRANATO DE FARIA *et al.*, 2016; ITO; EDALATI; HORITA, 2017). Por fim, Figura 3.11c apresenta a ilustração esquemática do terceiro tipo de modelo de evolução da dureza com a deformação, no qual são observados amolecimentos (queda de dureza) nos materiais, sendo o caso mais comum o da liga binária Zn-22%Al (KAWASAKI; AHN; LANGDON, 2010).

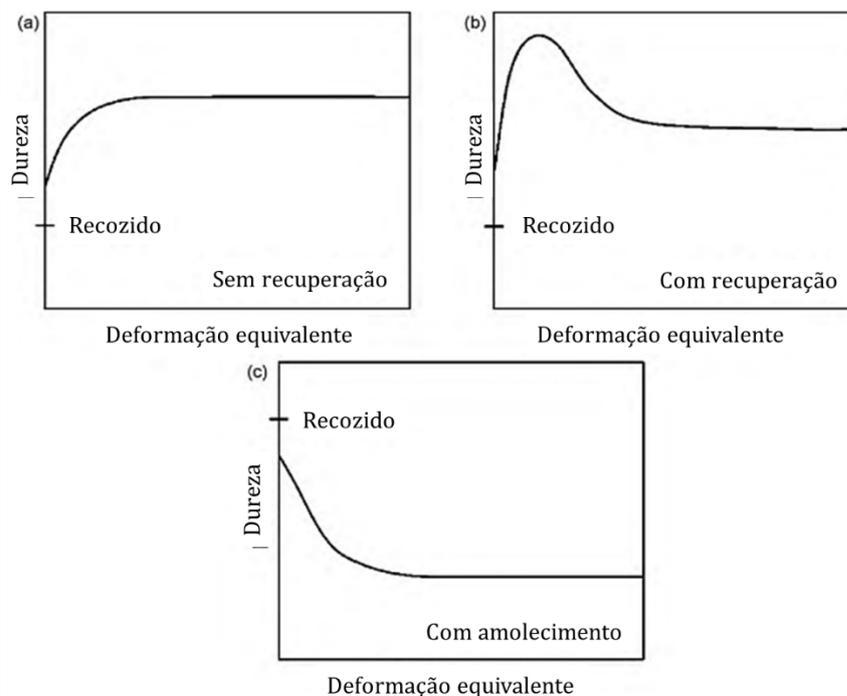


Figura 3.11: Ilustração esquemática dos três tipos de evolução de dureza com o aumento da deformação equivalente para metais processados por *HPT*: (a) sem recuperação, (b) com recuperação e (c) com amolecimento. Adaptado de (KAWASAKI; AHN; LANGDON, 2010).

Em suma, após um certo nível de deformação por *SPD*, os valores de dureza tendem a atingir um patamar de equilíbrio. Porém, vale destacar que a maioria dos resultados encontrados na literatura se referem a condições de equilíbrio após ~20, no máximo ~30 voltas de *HPT*. Por isso, é razoável estimar que o modelo apresentado por (KAWASAKI; AHN; LANGDON, 2010) pode vir a sofrer alterações quando for aplicado *HPT* em ligas quimicamente mais complexas e em

quantidade de deformações superiores a  $\sim 30$  revoluções (ou  $\varepsilon_{eq} \sim 100$ ). Trabalhos recentes conduzidos por (EDALATI, 2019; MOHAMMADI *et al.*, 2021) apresentam o comportamento de diversos materiais, quando submetidos a deformações equivalentes entre  $\varepsilon_{eq} \sim 1.000-100.000$ . Nessas pesquisas, foram encontrados novos estados de saturação, aparecimento de novas fases e resultados de propriedades mecânicas como alta resistência mecânica e alta superplasticidade. Esses estudos reforçam ainda mais a importância deste trabalho que tem como um dos objetivos avaliar os níveis de saturação atingidos por uma liga Al-7050 processada por *HPT* com altos níveis de deformação ( $\sim 100$  voltas ou  $\varepsilon_{eq} \sim 1000$ ) em diferentes condições.

### 3.4.3 MICRODUREZA E MECANISMOS DE ENDURECIMENTO

Por fim, para melhor compreender os níveis de dureza que, geralmente, são alcançados em ligas de alumínio processadas por *HPT*, a Tabela 3.2 apresenta uma visualização geral da média de valores de resistência mecânica alcançada. Dos dados da tabela, observa-se que os maiores valores de dureza são obtidos nas ligas multifásicas, processadas à temperatura ambiente e com deformações  $\sim 10$  voltas de *HPT*. As variações apresentadas podem ser atribuídas às condições específicas de cada processamento e ao histórico do material. Importante ressaltar que, na maioria dos estudos listados na Tabela 3.2, os valores de dureza final correspondem ao estado de saturação.

Tabela 3.2: Valores de microdureza Vickers para diferentes ligas de alumínio processadas por *HPT*. Todas os processamentos de *HPT* listados nessa tabela foram realizados a temperatura ambiente.

Material (%peso)	Processamento	N (rotações)	Hv	Referência
Al-3Mg	HPT	10	180	(LEE <i>et al.</i> , 2016)
Al-4,8Zn-1,2Mg-0,14Zr	HPT	10	186	(VALIEV <i>et al.</i> , 2020)
Al-3Mg-0,2Sc	HPT	10	194	(PEREIRA; HUANG; LANGDON, 2017)
Al-3Mg-0,2%Sc	HPT	10	210	(PEREIRA; HUANG; LANGDON, 2016)

Al-4Mg	HPT	10	220	(YANG <i>et al.</i> , 2016)
Al-5,63Zn- 2,56Mg-1,68Cu	HPT	5	220	(LEE; HORITA, 2014)
Al-5,6Zn-2,5Mg- 1,6Cu	HPT	10	230	(SABBAGHIANRAD; KAWASAKI; LANGDON, 2012a)
Al-4,63Cu- 1,51Mg	HPT	5	244	(CHEN <i>et al.</i> , 2016)
Al-8,2Zn- 2,2Mg-2,3Cu- 0,10Zr	HPT	10	270	(MARKUSHEV <i>et al.</i> , 2018a)
Al-5,93Zn- 2,50Mg- 1,38Cu-0,18Cr	HPT	10	280	(ZHANG <i>et al.</i> , 2019a)
Al-3,2Cu-1,2Li- 0,09Zr	HPT	10	284	(KAIGORODOVA <i>et al.</i> , 2015)

Nesse ponto, vale mencionar também alguns dos principais mecanismos que contribuem para o aumento da resistência do material ao ser processado por *HPT*. Sabe-se que o principal mecanismo de endurecimento das ligas de alumínio processadas por deformação severa se deve ao refino de grão, como destacado anteriormente sobre a relação de Hall-Petch. Porém, para ligas multifásicas, como é o caso das ligas Al-Zn-Mg-Cu, outros mecanismos podem contribuir para o aumento da resistência: o endurecimento por **solução sólida**, a **segregação** dos átomos de soluto nos contornos de grão, o aumento da **densidade de discordâncias**, a formação de **nanoaglomerados**, a formação de pequenos precipitados por meio de **precipitação dinâmica**. Todos esses mecanismos auxiliam na contribuição final da resistência mecânica da liga em questão e todos eles se baseiam num princípio básico dos fenômenos de endurecimento da metalurgia física: funcionam como barreiras à movimentação de discordâncias (SABIROV; MURASHKIN; VALIEV, 2013). Em suma, a resistência do material é a soma total de cada um desses mecanismos, que podem ser quantificados separadamente (WEN *et al.*, 2013), porém, por ora, são difíceis de serem quantificados.

De acordo com Zhao e colaboradores (ZHAO *et al.*, 2004a), de maneira geral, o aumento da resistência mecânica de uma liga Al-7075 processada por *SPD* pode ser atribuída a 4 principais fatores: (i) refino de grão; (ii) aumento da densidade de discordâncias; (iii) endurecimento por solução sólida e (iv) precipitação. Sabirov e co-autores (SABIROV; MURASHKIN; VALIEV, 2013) alegam que o mecanismo de endurecimento mais efetivo deve-se ao de endurecimento por refino de grão (Relação de Hall-Petch). Ademais, após avaliar todos os mecanismos de refino os autores concluem que o endurecimento por redução do tamanho do grão é, geralmente, o mecanismo mais eficaz para o aumento da resistência nas ligas de alumínio nanoestruturadas. Além disso, a importância de outros mecanismos de endurecimento depende, principalmente, da composição química (elementos de liga e seu conteúdo) e da rota de processamento (*HPT*, *ECAP* e outros) que determinam, por exemplo, a densidade de discordâncias, o tamanho e a fração do volume dos precipitados de segunda fase, etc. Por fim, vale ressaltar que as análises individuais das contribuições dos mecanismos de endurecimento em ligas de Al nanoestruturadas são tarefas muito complexas e que a presente pesquisa visa trazer uma pequena contribuição para a academia frente a esses fenômenos e sua complexidade.

Importante também ressaltar que o aumento expressivo da resistência mecânica dos materiais metálicos processados por *SPD* tende a diminuir a ductilidade desses materiais, com poucas exceções. Algumas estratégias podem ser adotadas para aumentar a ductilidade de materiais metálicos processados por *SPD*, como podem ser verificadas no trabalho de revisão de Ovid'ko e colaboradores (OVID'KO; VALIEV; ZHU, 2018). Um dos resultados mais relevantes a respeito dessas estratégias no aumento da resistência e da ductilidade provém do estudo de Liddicoat e coautores (LIDDICOAT *et al.*, 2010) mediante processamento de uma liga da série 7xxx (Al-7075) por *HPT*. Nessa pesquisa, foram alcançados limite de resistência mecânica acima de 1 GPa e alongamento de ~5%. Os Autores concluíram que esses resultados foram possíveis por meio de estratégias dentre as quais as principais foram: a formação de nanoestruturas como um tamanho de grão muito pequeno ~26nm, o alcance de alta densidade de discordâncias e de formação de 'clusters' intragranulares, que quando combinados aumentam a resistência mecânica da liga e proporcionam resistência adicional a fratura. Ademais, vale mencionar que fenômenos como superplasticidade, ou seja, alta capacidade de deformação plástica, ~400% (LANGDON, 2009) podem ser observados em materiais metálicos processados por *SPD*.

Nessa seção foram apresentadas as propriedades mecânicas de ligas de alumínio após processamento por *HPT*. Também foi mostrada a relação de Hall-Petch, as heterogeneidades

observadas nos valores de dureza, as diferentes condições e seus equilíbrios, bem como alguns dos valores típicos de dureza que são encontrados na literatura.

Pontos discutidos nessa seção:

- As ligas de alumínio processadas por *HPT* tendem a obedecer a relação de Hall-Petch;
- Utiliza-se a propriedade da dureza ( $H$ ) para estimar a resistência mecânica local;
- Espera-se uma dureza heterogênea ao longo do raio do disco;
- Observa-se que um aumento do grau de deformação tende a apresentar um estado estacionário de dureza (estado de saturação);
- Essa homogeneização das propriedades com o aumento do número de voltas por *HPT* depende do material que está sendo processado, da microestrutura inicial e das condições de processamento;
- Geralmente, são encontrados na literatura 3 tipos de modelos de evolução da dureza vs deformação equivalente;
- Foram apresentados valores típicos de dureza para diferentes materiais processados por *HPT*;
- Foram apresentados os principais mecanismos de endurecimento;
- O aumento de resistência mecânica tende a diminuir a ductilidade geral de materiais metálicos processados por *SPD*.

## 4. CAPÍTULO 4 - MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Material e tratamentos térmicos

Para o presente estudo foi utilizada uma liga de alumínio da série 7xxx, com a seguinte composição: Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu-0,2Fe-0,08Zr (% peso), denominada comercialmente como Al-7050. Esse material foi, anteriormente, fabricado pela técnica de *spray forming*, utilizando sucatas da liga Al-7050 recicladas. Após aplicação da técnica, a liga foi extrudada a 623 K (~ 350 °C) utilizando uma taxa de extrusão de 13:1 (MAZZER *et al.*, 2013a, 2013b). Do material extrudado, foram obtidos discos de ~10 mm de diâmetros e ~1 mm de espessura.

Posteriormente, parte desses discos foi submetida a um tratamento térmico de solubilização a 743 K (~ 470 °C) por 8 horas e resfriada em água fria (têmpera) com o objetivo de manter os átomos em uma solução sólida supersaturada. Para posterior processamento por *HPT*, as amostras foram então subdivididas em duas condições: após extrusão e solubilizadas. Após processamento por *HPT*, as amostras foram caracterizadas via microdureza, difração de raios x e microscopia eletrônica de varredura e de transmissão. A Figura 4.1 apresenta um fluxograma esquemático ilustrando a metodologia utilizada no presente estudo

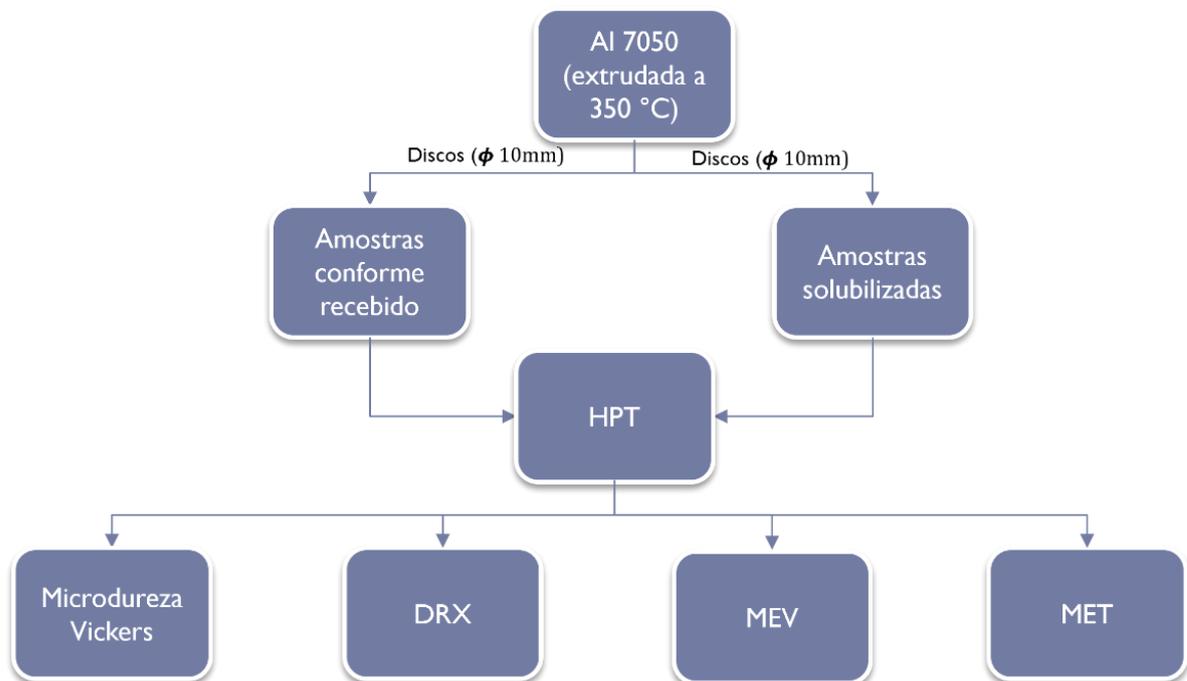


Figura 4.1: Fluxograma esquemático representando a metodologia utilizada na presente pesquisa.

## 4.2 Processamento por *HPT*

Os discos de  $\sim 1$  mm em espessura foram desbastados até  $\sim 0,80$  mm por meio de lixas abrasivas de sílica e submetidos ao processo de *HPT*, na condição de restrição parcial de fluxo (*quasi-constrained*) (FIGUEIREDO; CETLIN; LANGDON, 2011). Nas amostras extrudadas, os discos foram submetidos à pressão de 6 GPa e à torção de velocidade constante em 2 rpm para um total de 1/8, 1, 5, 30, 50 e 100 voltas de *HPT*.

No material submetido ao tratamento térmico de solubilização também foi aplicada pressão de 6 GPa, porém as amostras foram submetidas à torção com velocidade constante de 1 rpm para um total de 1/8, 1, 5, 30, 50 e 100 voltas de *HPT*. Todas as amostras foram processadas por *HPT* na temperatura ambiente, 293 K ( $\sim 20$  °C).

## 4.3 Medição de microdureza

Para as análises de microdureza, os discos antes e após processamento por *HPT* foram desbastados superficialmente com lixas abrasivas de sílica e polidas com pasta de diamante de 1  $\mu$ m até obtenção de uma superfície lisa e brilhante. As medições de microdureza foram alcançadas ao longo do diâmetro do disco, em sua porção central. As medições foram realizadas por meio do microdurômetro modelo FM700, equipado com um indentador Vickers (Hv) sobre uma carga de 300 gf e um tempo de medição de 10 s. Os valores de dureza em cada posição foram calculados como a média das medições registadas a partir de 4 indentações separadas por uma distância de 0,15 mm destes pontos selecionados, conforme esquematizado na Figura 4.2.

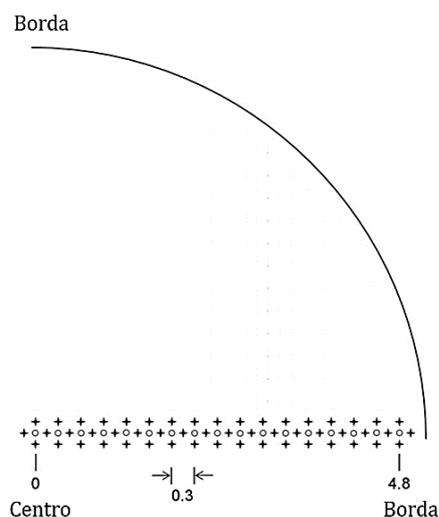


Figura 4.2: Ilustração esquemática de  $\frac{1}{4}$  do disco de *HPT* mostrando as posições ao longo do raio do disco em que foram realizadas as medições de microdureza. Adaptado de (KAWASAKI; LANGDON, 2008b).

#### 4.4 Caracterização microestrutural

##### 4.4.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A estrutura dos grãos e a composição química de precipitados e de partículas de segunda fase foram examinadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) por meio de detectores adicionais de difração de elétrons retro-espalhados (*EBS*D) e de espectroscopia de raios-x (*EDS*). As amostras foram preparadas usando o mesmo procedimento das análises por microdureza, porém foi adicionado um polimento adicional com sílica coloidal de 0,06  $\mu\text{m}$ . No mais, foi utilizado o equipamento FEI Quanta 200 FEG, operado com tensão de 15 kV e equipado com um detector de *EDS/EBS*D, e as análises foram realizadas nas amostras sem processamento e nas amostras com 1/8, 1, 30 e 100 voltas de *HPT*.

##### 4.4.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

As microestruturas da liga Al-Zn-Mg-Cu foram examinadas nos discos processados por 1, 30 e 100 rotações por meio de microscopia eletrônica de transmissão (MET) usando um microscópio FEI Tecnai F20 operando a 200 kV. As lamelas para análise em MET foram extraídas das bordas dos discos ( $\sim 3,5$  mm do centro) por meio da técnica de feixe de íons focalizados (*FIB – focused ion beam milling*), utilizando um microscópio FEI Quanta 3D FEG. As espessuras das lamelas foram retiradas perpendiculares às direções *r* e *z*, de modo que as observações foram realizadas ao longo do plano  $\theta$  em todas as amostras, conforme visualizado na Figura 4.3.

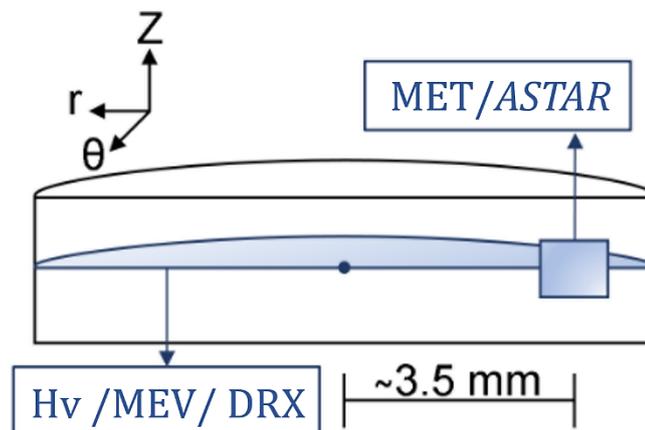


Figura 4.3: Representação das posições obtidas para análises de microestrutura da liga Al-7050.

Um detector acoplado ao microscópio de transmissão foi utilizado para condução da técnica conhecida como ASTAR NanoMegs. Os padrões de difração de Kikuchi foram obtidos de cada

lamela, seguindo um padrão retangular com uma dimensão de ~5 nm, utilizados para gerar mapas de orientação que, posteriormente, os dados foram tratados utilizando o software MTEX (BACHMANN; HIELSCHER; SCHAEBEN, 2011). Importante ressaltar que os pontos não indexados ou mal indexados correspondiam a <10 % dos dados adquiridos.

O tratamento das imagens para obtenção dos tamanhos médios dos grãos e das partículas de distribuição de segunda fase foram ambos medidos utilizando imagens de MET no software *ImageJ* e calculados pelo método dos interceptos (ABRAMS, 1971).

#### 4.4.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)

As análises de difração de raios-x (DRX) foram realizadas utilizando um difratômetro PANalytical C'Pert Pro com radiação Co K $\alpha$ 1 ( $\lambda = 1,7890 \text{ \AA}$ ). As amostras foram preparadas de acordo com o procedimento para obtenção das análises de microdureza. Os padrões foram obtidos ao longo da superfície dos discos por meio de varreduras  $\theta$ - $2\theta$ , realizadas a partir de  $2\theta = 10$ - $90^\circ$  com tempo de obtenção de 3 s/passe para uma varredura angular de  $0,02^\circ$ /passe. Os difratogramas foram usados para estimar tanto o tamanho do cristalito como a densidade de discordâncias ( $\rho$ ) nas amostras dos discos de Al-7050 usando o software *Convolutional Multiple Whole Profile (CMWP)* (RIBÁRIK, 2008). O perfil instrumental foi adquirido utilizando pó de hexaboreto de lantânio (LaB6).

## Referências Bibliográficas

- ABRAMS, H. Metallography Grain Size Measurement by the Intercept Method. **Metallography**, v. 4, p. 59–78, 1971.
- AFIFI, M. A.; PEREIRA, P. H. R.; WANG, Y. C.; WANG, Y.; LI, S.; LANGDON, T. G. Effect of ECAP processing on microstructure evolution and dynamic compressive behavior at different temperatures in an Al-Zn-Mg alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 684, p. 617–625, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.12.099>
- AFIFI, M. A.; WANG, Y. C.; PEREIRA, P. H. R.; WANG, Y.; LI, S.; HUANG, Y.; LANGDON, T. G. Characterization of precipitates in an Al-Zn-Mg alloy processed by ECAP and subsequent annealing. **Materials Science and Engineering A**, v. 712, n. November 2017, p. 146–156, 2018 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.091>
- AFIFI, M. A.; WANG, Y. C. Y.; PEREIRA, P. H. R.; HUANG, Y.; WANG, Y. C. Y.; CHENG, X.; LI, S.; LANGDON, T. G. Mechanical properties of an Al-Zn-Mg alloy processed by ECAP and heat treatments. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 769, p. 631–639, 2018 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.07.343>
- ALIZADEH, R.; MAHMUDI, R.; PEREIRA, P. H. R.; HUANG, Y.; LANGDON, T. G. Microstructural evolution and superplasticity in an Mg-Gd-Y-Zr alloy after processing by different SPD techniques. **Materials Science & Engineering A**, v. 682, p. 577–585, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.11.080>
- APARECIDA, N.; DA SILVA, N.; PEREIRA, H. R.; CARBALLO, E.; CORRÊA, S.; TERESA, M.; AGUILAR, P.; CETLIN, P. R. Microstructural evolution and mechanical properties in a Zn-Al-Cu-Mg hypoeutectic alloy processed by multi-directional forging at room temperature. 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140420>. Acesso em: 25 set. 2022.
- AZARNIYA, A.; TAHERI, A. K.; TAHERI, K. K. Recent advances in ageing of 7xxx series aluminum alloys: A physical metallurgy perspective. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 781, p. 945–983, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.11.286>
- BACHMAIER, A.; HAFOK, M.; SCHUSTER, R.; PIPPAN, R. Limitations in the refinement by severe plastic deformation: The effect of processing. **Reviews on Advanced Materials Science**, v. 25, n. 1, p. 16–22, 2010.
- BACHMANN, F.; HIELSCHER, R.; SCHAEBEN, H. Grain detection from 2d and 3d EBSD data-Specification of the MTEX algorithm. **Ultramicroscopy**, v. 111, p. 1720–1733, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.08.002>
- BALASUBRAMANIAN, N.; LANGDON, T. G. The Strength–Grain Size Relationship in Ultrafine-Grained Metals. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 47A, p. 5827–5838, 2016.

BAZARNIK, P.; HUANG, Y.; LEWANDOWSKA, M.; LANGDON, T. G. Structural impact on the Hall-Petch relationship in an Al-5Mg alloy processed by high-pressure torsion. **Materials Science & Engineering A**, v. 626, p. 9–15, 2015.

BAZARNIK, P.; ROMELCZYK, B.; HUANG, Y.; LEWANDOWSKA, M.; LANGDON, T. G. Effect of applied pressure on microstructure development and homogeneity in an aluminium alloy processed by high-pressure torsion. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 688, p. 736–745, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.07.149>

BERG, L. K.; GJOØNNES, J.; HANSEN, V.; LI, X. Z.; KNUTSON-WEDEL, M.; WATERLOO, G.; SCHRYVERS, D.; WALLEMBERG, L. R. GP-zones in Al-Zn-Mg alloys and their role in artificial aging. **Acta Materialia**, v. 49, n. 17, p. 3443–3451, 2001. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00251-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00251-8)

BOBYLEV, S. V.; ENIKEEV, N. A.; SHEINERMAN, A. G.; VALIEV, R. Z. Strength enhancement induced by grain boundary solute segregations in ultrafine-grained alloys. **International Journal of Plasticity**, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2019.07.013>

BRODOVA, I. G.; SHIRINKINA, I. G.; PETROVA, A. N.; ANTONOVA, O. V.; PILYUGIN, V. P. Evolution of the structure of V95 aluminum alloy upon high-pressure torsion. **The Physics of Metals and Metallography**, v. 111, n. 6, p. 630–638, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1134/s0031918x11050036>

BRUDER, E.; BRAUN, P.; REHMAN, H. ur; MARCEAU, R. K. W.; TAYLOR, A. S.; PIPPAN, R.; DURST, K. Influence of solute effects on the saturation grain size and rate sensitivity in Cu-X alloys. **Scripta Materialia**, v. 144, p. 5–8, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.09.031>

CABIBBO, M.; EVANGELISTA, E.; VEDANI, M. Influence of severe plastic deformations on secondary phase precipitation in a 6082 Al-Mg-Si alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 36, n. 5, p. 1353–1364, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11661-005-0226-9>. Acesso em: 9 jun. 2021.

CAO, Y.; NI, S.; LIAO, X.; SONG, M.; ZHU, Y. Structural evolutions of metallic materials processed by severe plastic deformation. **Materials Science and Engineering R: Reports**, v. 133, n. June, p. 1–59, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mser.2018.06.001>

CASTRO, M. M.; MONTORO, L. A.; ISAAC, A.; KAWASAKI, M.; FIGUEIREDO, R. B. Mechanical mixing of Mg and Zn using high-pressure torsion. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 869, p. 159302, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.159302>

CHEN, Y.; GAO, N.; SHA, G.; RINGER, S. P.; STARINK, M. J. Microstructural evolution, strengthening and thermal stability of an ultrafine-grained Al-Cu-Mg alloy. **Acta Materialia**, v. 109, p. 202–212, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.050>. Acesso em: 7 jun. 2021.

- CHO, T.-S.; LEE, H.-J.; AHN, B.; KAWASAKI, M.; LANGDON, T. G. Microstructural evolution and mechanical properties in a Zn-Al eutectoid alloy processed by high-pressure torsion. **Acta Materialia**, v. 72, p. 67–79, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.03.026>
- CIBELY, P.; FLAUSINO, A.; LANDIM NASSIF, M. E.; DE CASTRO BUBANI, F.; HENRIQUE, P.; PEREIRA, R.; TERESA, M.; AGUILAR, P.; CETLIN, P. R. Microstructural evolution and mechanical behavior of copper processed by low strain amplitude multi-directional forging. **Materials Science & Engineering A**, v. 756, p. 474–483, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.04.075>. Acesso em: 25 set. 2022.
- DE OLIVEIRA, P. C.; MONTORO, L. A.; PEREZ-PRADO, M. T.; HOHENWARTER, A.; FIGUEIREDO, R. B.; ISAAC, A. Development of segregations in a Mg–Mn–Nd alloy during HPT processing. **Materials Science and Engineering A**, v. 802, n. October 2020, p. 140423, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140423>
- DENG, Y.; YIN, Z.; CONG, F. Intermetallic phase evolution of 7050 aluminum alloy during homogenization. **Intermetallics**, v. 26, p. 114–121, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2012.03.006>. Acesso em: 7 ago. 2019.
- DEVARAJ, A.; WANG, W.; VEMURI, R.; KOVARIK, L.; JIANG, X.; BOWDEN, M.; TRELEWICZ, J. R.; MATHAUDHU, S.; ROHATGI, A. Grain boundary segregation and intermetallic precipitation in coarsening resistant nanocrystalline aluminum alloys. **Acta Materialia**, v. 165, p. 698–708, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.09.038>. Acesso em: 8 jun. 2021.
- DUAN, Y.; TANG, L.; XU, G.; DENG, Y.; YIN, Z. Microstructure and mechanical properties of 7005 aluminum alloy processed by room temperature ECAP and subsequent annealing. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 664, p. 518–529, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.01.022>
- DUAN, Z. C.; LIAO, X. Z.; KAWASAKI, M.; FIGUEIREDO, R. B.; LANGDON, T. G. Influence of high-pressure torsion on microstructural evolution in an Al–Zn–Mg–Cu alloy. **J Mater Sci**, v. 45, p. 4621–4630, 2010 a.
- DUAN, Z. C.; LIAO, X. Z.; KAWASAKI, M.; FIGUEIREDO, R. B.; LANGDON, T. G. Influence of high-pressure torsion on microstructural evolution in an Al–Zn–Mg–Cu alloy. **J Mater Sci**, v. 45, p. 4621–4630, 2010 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10853-010-4400-0>
- EDALATI, K. Metallurgical alchemy by ultra-severe plastic deformation via high-pressure torsion process. **Materials Transactions**, v. 60, n. 7, p. 1221–1229, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.2320/matertrans.MF201914>
- EDALATI, K.; HASHIGUCHI, Y.; PEREIRA, P. H. R.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G.; HENRIQUE, P.; PEREIRA, R.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Effect of temperature rise on microstructural evolution during high-pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v. 714, p. 167–171, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.12.095>. Acesso em: 8 ago. 2019.

EDALATI, K.; HORITA, Z. Significance of homologous temperature in softening behavior and grain size of pure metals processed by high-pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, p. 7514–7523, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.06.080>. Acesso em: 25 set. 2022.

EDALATI, K.; HORITA, Z. A review on high-pressure torsion (HPT) from 1935 to 1988. **Materials Science and Engineering A**, v. 652, p. 325–352, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.074>

EDALATI, K.; MIRESMAEILI, R.; HORITA, Z.; KANAYAMA, H.; PIPPAN, R. Significance of temperature increase in processing by high-pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, p. 7301–7305, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.06.031>

EDALATI, K.; TOH, S.; IWAOKA, H.; HORITA, Z. Microstructural characteristics of tungsten-base nanocomposites produced from micropowders by high-pressure torsion. **Acta Materialia**, v. 60, p. 3885–3893, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.02.048>

EL-DANAF, E. A. Mechanical properties, microstructure and texture of single pass equal channel angular pressed 1050, 5083, 6082 and 7010 aluminum alloys with different dies. **Materials & Design**, v. 32, n. 7, p. 3838–3853, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.03.006>

FIGUEIREDO, R. B.; AGUILAR, M. T. P.; CETLIN, P. R.; LANGDON, T. G. Analysis of plastic flow during high-pressure torsion. **J Mater Sci**, v. 47, p. 7807–7814, 2012 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10853-012-6506-z>

FIGUEIREDO, R. B.; CETLIN, P. R.; LANGDON, T. G. Using finite element modeling to examine the flow processes in quasi-constrained high-pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, n. 28, p. 8198–8204, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.07.040>

FIGUEIREDO, R. B.; DE FARIA, G. C. V. V.; CETLIN, P. R.; LANGDON, T. G. Three-dimensional analysis of plastic flow during high-pressure torsion. **Journal of Materials Science**, v. 48, n. 13, p. 4524–4532, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10853-012-6979-9>

FIGUEIREDO, R. B.; PEREIRA, P. H. R.; AGUILAR, M. T. P.; CETLIN, P. R.; LANGDON, T. G. Using finite element modeling to examine the temperature distribution in quasi-constrained high-pressure torsion. **Acta Materialia**, v. 60, p. 3190–3198, 2012 b.

FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Microhardness measurements and the Hall-Petch relationship in an Al-Mg alloy with submicrometer size. **Acta Materialia**, v. 44, n. 11, p. 4619–4629, 1996.

GAO, N.; STARINK, M. J.; LANGDON, T. G. Using differential scanning calorimetry as an analytical tool for ultrafine grained metals processed by severe plastic deformation. **Materials Science and**

**Technology**, v. 25, n. 6, p. 687–698, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1179/174328409X408901>

GARCÍA-INFANTA, J. M.; SWAMINATHAN, S.; CEPEDA-JIMÉNEZ, C. M.; MCNELLEY, T. R.; RUANO, O. A.; CARREÑO, F. Enhanced grain refinement due to deformation-induced precipitation during ambient-temperature severe plastic deformation of an Al-7%Si alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 478, p. 139–143, 2009 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.11.047>

GARCÍA-INFANTA, J. M.; ZHILYAEV, A. P.; SHARAFUTDINOV, A.; RUANO, O. A.; CARREÑO, F. An evidence of high strain rate superplasticity at intermediate homologous temperatures in an Al-Zn-Mg-Cu alloy processed by high-pressure torsion. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 473, n. 1–2, p. 163–166, 2009 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.06.006>

GHOSH, K. S.; GAO, N.; STARINK, M. J. Characterisation of high pressure torsion processed 7150 Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 552, p. 164–171, 2012 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.026>. Acesso em: 4 jul. 2019.

GHOSH, K. S.; GAO, N.; STARINK, M. J. Characterisation of high pressure torsion processed 7150 Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Materials Science and Engineering A**, 2012 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.026>

GHOSH, P.; RENK, O.; PIPPAN, R. Microtexture analysis of restoration mechanisms during high pressure torsion of pure nickel. **Materials Science and Engineering A**, v. 684, n. December 2016, p. 101–109, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.12.032>

GRANATO DE FARIA, C.; GERALDO, N.; ALMEIDA, S.; TERESA, M.; AGUILAR, P.; CETLIN, P. R. Increasing the work hardening capacity of equal channel angular pressed (ECAPed) aluminum through multi-axial compression (MAC). **Materials Letters**, v. 174, p. 153–156, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.03.112>. Acesso em: 25 set. 2022.

GUBICZA, J.; SCHILLER, I.; CHINH, N. Q.; ILLY, J.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. The effect of severe plastic deformation on precipitation in supersaturated Al-Zn-Mg alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 460–461, p. 77–85, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.MSEA.2007.01.001>

GUTIERREZ-URRUTIA, I.; MUÑOZ-MORRIS, M. A.; MORRIS, D. G. The effect of coarse second-phase particles and fine precipitates on microstructure refinement and mechanical properties of severely deformed Al alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 394, p. 399–410, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.11.025>. Acesso em: 9 jun. 2021.

HALL, E. O. The deformation and ageing of mild steel: II Characteristics of the Lüders deformation. **Proceedings of the Physical Society. Section B**, v. 64, n. 9, p. 742–747, 1951. Disponível em: <https://doi.org/10.1088/0370-1301/64/9/302>

- HARATI, F.; SHAMANIAN, M.; ATAPOUR, M.; HASANI, S.; SZPUNAR, J. A. The effect of microstructure and texture evolution on the hardness properties of the cold rolled AA7075-T6 aluminum alloy during the friction stir processing. **Materials Research Express**, v. 6, n. 4, p. 046559, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aafe48>
- HOHENWARTER, A.; BACHMAIER, A.; GLUDOVATZ, B.; SCHERIAU, S.; PIPPAN, R. Technical parameters affecting grain refinement by high pressure torsion. **Int. J. Mat. Res.**, v. 100, p. 1653–1661, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.3139/146.110224>
- HOHL, J.; KUMAR, P.; MISRA, M.; MENEZES, P.; MUSHONGERA, L. T. Thermodynamic stabilization of nanocrystalline aluminum. **Journal of Materials Science**, v. 56, n. 26, p. 14611–14623, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10853-021-06224-2>
- HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. 2. ed. [S. l.]: Pergamon Press, 2004.
- ISLAMGALIEV, R. K.; YUNUSOVA, N. F.; SABIROV, I. N.; SERGUEEVA, A. V.; B, R. Z. V. Deformation behavior of nanostructured aluminum alloy processed by severe plastic deformation. **Materials Science and Engineering A**, v. 319–321, p. 877–881, 2001.
- ITO, Y.; EDALATI, K.; HORITA, Z. High-pressure torsion of aluminum with ultrahigh purity (99.9999%) and occurrence of inverse Hall-Petch relationship. **Materials Science and Engineering A**, v. 679, n. August 2016, p. 428–434, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.10.066>. Acesso em: 2 jun. 2021.
- JACUMASSO, S. C.; OLIVEIRA, P. H. F. F.; MARTINS, J. P.; CARVALHO, A. L. M. M. Microstructural characterization of interrupted aging on an AA7050 aluminum alloy. **Materials Characterization**, v. 152, p. 180–187, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.04.013>. Acesso em: 4 jul. 2019.
- JONAS, J. J.; GHOSH, C.; TOTH, L. S. The equivalent strain in high pressure torsion. **Materials Science & Engineering A**, v. 607, n. 530–535, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.04.046>
- KAIGORODOVA, L. I.; RASPOSIENKO, D. Yu.; PUSHIN, V. G.; PILYUGIN, V. P.; SMIRNOV, S. V. Structure and mechanical properties of aging Al-Li-Cu-Zr-Sc-Ag alloy after severe plastic deformation by high-pressure torsion. **The Physics of Metals and Metallography**, v. 116, n. 4, p. 346–355, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1134/s0031918x15040080>
- KALSAR, R.; YADAV, D.; SHARMA, A.; BROKMEIER, H.-G.; MAY, J.; HÖPPEL, H. W.; SKROTZKI, W.; SUWAS, S. Effect of Mg content on microstructure, texture and strength of severely equal channel angular pressed aluminium-magnesium alloys. **Materials Science & Engineering A**, v. 797, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140088>

- KAWASAKI, M.; AHN, B.; LANGDON, T. G. Significance of strain reversals in a two-phase alloy processed by high-pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, p. 7008–7016, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.07.090>
- KAWASAKI, M.; ALHAJERI, S. N.; XU, C.; LANGDON, T. G. The development of hardness homogeneity in pure aluminum and aluminum alloy disks processed by high-pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v. 529, p. 345–351, 2011.
- KAWASAKI, M.; LANGDON, T. G. The significance of strain reversals during processing by high-pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v. 498, n. 1–2, p. 341–348, 2008 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.08.021>
- KAWASAKI, M.; LANGDON, T. G. The significance of strain reversals during processing by high-pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v. 498, p. 341–348, 2008 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.08.021>
- KOJU, R. K.; MISHIN, Y. Atomistic study of grain-boundary segregation and grain-boundary diffusion in Al-Mg alloys. **Acta Materialia**, v. 201, p. 596–603, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.10.029>
- KUMAR, A.; GODASU, A. K.; PAL, K.; MULA, S. Effects of in-process cryocooling on metallurgical and mechanical properties of friction stir processed Al7075 alloy. **Materials Characterization**, v. 144, p. 440–447, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.MATCHAR.2018.08.001>
- KUMAR, A.; SHARMA, S. K.; PAL, K.; MULA, S. Effect of Process Parameters on Microstructural Evolution, Mechanical Properties and Corrosion Behavior of Friction Stir Processed Al 7075 Alloy. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 26, p. 1122–1134, 2017 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11665-017-2572-3>
- KUMAR, A.; SHARMA, S. K.; PAL, K.; MULA, S. Effect of Process Parameters on Microstructural Evolution, Mechanical Properties and Corrosion Behavior of Friction Stir Processed Al 7075 Alloy. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 26, n. 3, p. 1122–1134, 2017 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11665-017-2572-3>
- LANGDON, T. G. Seventy-five years of superplasticity: Historic developments and new opportunities. **Journal of Materials Science**, v. 44, n. 22, p. 5998–6010, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10853-009-3780-5>
- LANGDON, T. G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement. **Acta Materialia**, v. 61, n. 19, p. 7035–7059, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.08.018>
- LEE, H.-J.; HAN, J.-K.; JANAKIRAMAN, S.; AHN, B.; KAWASAKI, M.; LANGDON, T. G. Significance of grain refinement on microstructure and mechanical properties of an Al-3% Mg alloy processed by high-pressure torsion. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 686, p. 998–1007, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.06.194>

- LEE, S.; HORITA, Z. J. Superplasticity of Ultra-Fine Grained 7075 Alloy Processed by High-Pressure Torsion. **Materials Science Forum**, v. 794–796, p. 807–810, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.794-796.807>
- LEE, S.-H.; JUNG, J.-G.; BAIK, S.-I.; SEIDMAN, D. N.; KIM, M.-S.; LEE, Y.-K.; EUH, K. Precipitation strengthening in naturally aged Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Materials Science & Engineering A**, v. 803, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140719>
- LIDDICOAT, P. V.; LIAO, X. Z.; ZHAO, Y.; ZHU, Y.; MURASHKIN, M. Y.; LAVERNIA, E. J.; VALIEV, R. Z.; RINGER, S. P. Nanostructural hierarchy increases the strength of aluminium alloys. **Nature Communications**, v. 1, n. 6, p. 1–7, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/ncomms1062>
- LIU, M.; ROVEN, H. J.; LIU, X.; MURASHKIN, M.; VALIEV, R. Z.; UNGÁR, T.; BALOGH, L. Grain refinement in nanostructured Al-Mg alloys subjected to high pressure torsion. **Journal of Materials Science**, v. 45, n. 17, p. 4659–4664, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10853-010-4604-3>
- LIU, M.-P.; JIANG, T.-H.; XIE, X.-F.; LIU, Q.; LI, X.-F.; ROVEN, H. J. Microstructure evolution and dislocation configurations in nanostructured Al-Mg alloys processed by high pressure torsion. **Trans. Nonferrous Met. Soc. China**, v. 24, p. 3857, 2014. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(14\)63542-1](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(14)63542-1)
- LOUCIF, A.; FIGUEIREDO, R. B.; BAUDINC, T.; BRISSET, F.; CHEMAMA, R.; LANGDON, T. G. Ultrafine grains and the Hall–Petch relationship in an Al–Mg–Si alloy processed by high-pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v. 532, p. 139–145, 2012.
- MARKUSHEV, M. V.; AVTOKRATOVA, E. V.; KRYMSKIY, S. V.; SITDIKOV, O. Sh. Effect of precipitates on nanostructuring and strengthening of high-strength aluminum alloys under high pressure torsion. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 743, p. 773–779, 2018 a.
- MARKUSHEV, M. V.; AVTOKRATOVA, E. V.; KRYMSKIY, S. V.; SITDIKOV, O. Sh. Effect of precipitates on nanostructuring and strengthening of high-strength aluminum alloys under high pressure torsion. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 743, p. 773–779, 2018 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.047>
- MAZZER, E. M.; AFONSO, C. R. M.; BOLFARINI, C.; KIMINAMI, C. S. Microstructure study of Al 7050 alloy reprocessed by spray forming and hot-extrusion and aged at 121°C. **Intermetallics**, v. 43, p. 182–187, 2013 a.
- MAZZER, E. M.; AFONSO, C. R. M.; GALANO, M.; KIMINAMI, C. S.; BOLFARINI, C. Microstructure evolution and mechanical properties of Al–Zn–Mg–Cu alloy reprocessed by spray-forming and heat treated at peak aged condition. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 579, p. 169–173, 2013 b.

- MEYERS, M. A.; MISHRA, A.; BENSON, D. J. Mechanical properties of nanocrystalline materials. **Progress in Materials Science**, v. 51, p. 427–556, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2005.08.003>
- MOHAMMADI, A.; ENIKEEV, N. A.; MURASHKIN, M. Y.; ARITA, M.; EDALATI, K. Developing age-hardenable Al-Zr alloy by ultra-severe plastic deformation: Significance of supersaturation, segregation and precipitation on hardening and electrical conductivity. **Acta Materialia**, v. 203, p. 116503, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.116503>
- MURAYAMA, M.; HORITA, Z.; HONO, K. Microstructure of two-phase Al-1.7 at% Cu alloy deformed by equal-channel angular pressing. **Acta Materialia**, v. 49, p. 21–29, 2001. Disponível em: [www.elsevier.com/locate/actamat](http://www.elsevier.com/locate/actamat). Acesso em: 9 jun. 2021.
- OVID'KO, I. A.; VALIEV, R. Z.; ZHU, Y. T. Review on superior strength and enhanced ductility of metallic nanomaterials. **Progress in Materials Science**, v. 94, p. 462–540, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.02.002>
- P. W. BRIDGMAN. **Studies in large plastic flow and fracture**. Cambridge, Massachusetts: HARVARD UNIVERSITY PRESS, 1964.
- PATEL, V. V.; BADHEKA, V.; KUMAR, A. Influence of Friction Stir Processed Parameters on Superplasticity of Al-Zn-Mg-Cu Alloy. **Materials and Manufacturing Processes**, v. 31, n. 12, p. 1573–1582, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/10426914.2015.1103868>
- PEREIRA, P. H. R.; FIGUEIREDO, R. B. Finite element modelling of high-pressure torsion: An overview. **Materials Transactions**, v. 60, n. 7, p. 1139–1150, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.2320/matertrans.MF201906>
- PEREIRA, P. H. R.; FIGUEIREDO, R. B.; CETLIN, P. R.; LANGDON, T. G. Using finite element modelling to examine the flow process and temperature evolution in HPT under different constraining conditions. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 63, n. 1, 2014 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1088/1757-899X/63/1/012041>
- PEREIRA, P. H. R.; FIGUEIREDO, R. B.; CETLIN, P. R.; LANGDON, T. G. An examination of the elastic distortions of anvils in high-pressure torsion. **Materials Science & Engineering A**, v. 631, p. 201–208, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.02.052>
- PEREIRA, P. H. R.; FIGUEIREDO, R. B.; HUANG, Y.; CETLIN, P. R.; LANGDON, T. G. Modeling the temperature rise in high-pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v. 593, p. 185–188, 2014 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.11.015>
- PEREIRA, P. H. R.; HUANG, Y.; LANGDON, T. G. Examining the mechanical properties and superplastic behaviour in an Al-Mg-Sc alloy after processing by HPT. **Letters on Materials**, v. 5, n. 3, p. 294–300, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.22226/2410-3535-2015-3-294-300>
- PEREIRA, P. H. R.; HUANG, Y.; LANGDON, T. G. Thermal stability and superplastic behaviour of an Al-Mg-Sc alloy processed by ECAP and HPT at different temperatures. **IOP Conference Series:**

**Materials Science and Engineering**, v. 194, n. 1, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1088/1757-899X/194/1/012013>

PEREIRA, P. H. R.; WANG, Y. C.; HUANG, Y.; LANGDON, T. G. Influence of grain size on the flow properties of an Al-Mg-Sc alloy over seven orders of magnitude of strain rate. **Materials Science and Engineering A**, v. 685, p. 367–376, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.01.020>

PETCH, N. J. The cleavage strength of polycrystals. **Journal of the Iron and Steel Institute**, v. 174, n. 1, p. 25–28, 1953.

PIPPAN, R.; SCHERIAU, S.; TAYLOR, A.; HAFOK, M.; HOHENWARTER, A.; BACHMAIER, A. Saturation of Fragmentation During Severe Plastic Deformation. **Annual Review of Materials Research**, v. 40, n. 1, p. 319–343, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070909-104445>

PIPPAN, R.; WETSCHER, F.; HAFOK, M.; VORHAUER, A.; SABIROV, I. The Limits of Refinement by Severe Plastic Deformation. **Advanced Engineering Materials**, v. 8, n. 11, p. 1046–1056, 2006.

PUN, S. C.; WANG, W.; KHALAJHEDAYATI, A.; SCHULER, J. D.; TRELEWICZ, J. R.; RUPERT, T. J. Nanocrystalline Al-Mg with extreme strength due to grain boundary doping. **Materials Science and Engineering A**, v. 696, n. November 2016, p. 400–406, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.095>

RENK, O.; PIPKAN, R. Transition from thermally assisted to mechanically driven boundary migration and related apparent activation energies. **Scripta Materialia**, v. 154, p. 212–215, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.05.052>

RENK, O.; PIPKAN, R. Saturation of Grain Refinement during Severe Plastic Deformation of Single Phase Materials: Reconsiderations, Current Status and Open Questions. **Mater.Trans.**, p. 1–8, 2019.

RIBÁRIK, G. **Modeling of diffraction patterns based on microstructural properties**. 2008. - Eötvös Loránd University, [s. l.], 2008.

ROVEN, H. J.; LIU, M.; WERENSKIOLD, J. C. Dynamic precipitation during severe plastic deformation of an Al-Mg-Si aluminium alloy. **Materials Science and Engineering A**, p. 54–58, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.09.142>

SABBAGHIANRAD, S.; ALIREZA TORBATI-SARRAF, S.; LANGDON, T. G. An investigation of the limits of grain refinement after processing by a combination of severe plastic deformation techniques: A comparison of Al and Mg alloys. **Materials Science & Engineering A**, v. 712, p. 373–379, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.090>

SABBAGHIANRAD, S.; KAWASAKI, M.; LANGDON, T. G. Microstructural evolution and the mechanical properties of an aluminum alloy processed by high-pressure torsion. **J Mater Sci**, v. 47, p. 7789–7795, 2012 a.

- SABBAGHIANRAD, S.; KAWASAKI, M.; LANGDON, T. G. Microstructural evolution and the mechanical properties of an aluminum alloy processed by high-pressure torsion. **J Mater Sci**, v. 47, p. 7789–7795, 2012 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10853-012-6524-x>
- SABBAGHIANRAD, S.; LANGDON, T. G. A critical evaluation of the processing of an aluminum 7075 alloy using a combination of ECAP and HPT. **Materials Science and Engineering A**, v. 596, p. 52–58, 2014 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.12.034>
- SABBAGHIANRAD, S.; LANGDON, T. G. A critical evaluation of the processing of an aluminum 7075 alloy using a combination of ECAP and HPT. **Materials Science and Engineering A**, 2014 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.12.034>
- SABBAGHIANRAD, S.; LANGDON, T. G. An evaluation of the saturation hardness in an ultrafine-grained aluminum 7075 alloy processed using different techniques. **Journal of Materials Science**, v. 50, p. 4357–4365, 2015 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10853-015-8989-x>
- SABBAGHIANRAD, S.; LANGDON, T. G. An evaluation of the saturation hardness in an ultrafine-grained aluminum 7075 alloy processed using different techniques. **Journal of Materials Science**, 2015 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10853-015-8989-x>
- SABBAGHIANRAD, S.; WONGSA-NGAM, J.; KAWASAKI, M.; LANGDON, T. G. An examination of the saturation microstructures achieved in ultrafine-grained metals processed by high-pressure torsion. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 3(4), p. 319–326, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2014.10.002>
- SABIROV, I.; MURASHKIN, M. Yu. Y.; VALIEV, R. Z. Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development. **Materials Science & Engineering A**, v. 560, p. 1–24, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.020>
- SAITO, Y.; UTSUNOMIYA, H.; TSUJI, N.; SAKAI, T. NOVEL ULTRA-HIGH STRAINING PROCESS FOR BULK MATERIALS DEVELOPMENT OF THE ACCUMULATIVE ROLL-BONDING (ARB) PROCESS. **Acta Materialia**, v. 47, n. 2, p. 579–583, 1999.
- SAUVAGE, X.; DUCHAUSSOY, A.; ZAHER, G. Strain Induced Segregations in Severely Deformed Materials. **Materials Transactions**, v. 60, n. 7, p. 1151–1158, 2019.
- SAUVAGE, X.; ENIKEEV, N.; VALIEV, R.; NASEDKINA, Y.; MURASHKIN, M. Atomic-scale analysis of the segregation and precipitation mechanisms in a severely deformed Al-Mg alloy. **Acta Materialia**, v. 72, p. 125–136, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.03.033>
- SAUVAGE, X.; MURASHKIN, M. Y.; STRAUMAL, B. B.; BOBRUK, E. V.; VALIEV, R. Z. Ultrafine Grained Structures Resulting from SPD-Induced Phase Transformation in Al-Zn Alloys. **Advanced Engineering Materials**, v. 17, n. 12, p. 1821–1827, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/adem.201500151>

- SAUVAGE, X.; MURASHKIN, M. Y.; VALIEV, R. Z. Atomic scale investigation of dynamic precipitation and grain boundary segregation in a 6061 aluminium alloy nanostructured by ECAP. **Kovove Materialy**, v. 49, p. 11–15, 2011.
- SHA, G.; CERESO, A. Early-stage precipitation in Al-Zn-Mg-Cu alloy (7050). **Acta Materialia**, v. 52, n. 15, p. 4503–4516, 2004. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.06.025>
- SHA, G.; TUGCU, K.; LIAO, X. Z.; TRIMBY, P. W.; MURASHKIN, M. Y.; VALIEV, R. Z.; RINGER, S. P. Strength, grain refinement and solute nanostructures of an Al-Mg-Si alloy (AA6060) processed by high-pressure torsion. **Acta Materialia**, v. 63, p. 169–179, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.10.022>
- SHA, G.; WANG, Y. B.; LIAO, X. Z.; DUAN, Z. C.; RINGER, S. P.; LANGDON, T. G. Influence of equal-channel angular pressing on precipitation in an Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Acta Materialia**, v. 57, n. 10, p. 3123–3132, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.03.017>
- SHA, G.; WANG, Y. B.; LIAO, X. Z.; DUAN, Z. C.; RINGER, S. P.; LANGDON, T. G. Microstructural evolution of Fe-rich particles in an Al-ZnMg-Cu alloy during equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, p. 4742–4749, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.04.041>. Acesso em: 20 dez. 2021.
- SHA, G.; YAO, L.; LIAO, X.; RINGER, S. P.; DUAN, Z. C.; LANGDON, T. G.; CHAO DUAN, Z.; LANGDON, T. G.; DUAN, Z. C.; LANGDON, T. G. Segregation of solute elements at grain boundaries in an ultrafine grained Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Ultramicroscopy**, v. 111, n. 6, p. 500–505, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2010.11.013>
- SHAERI, M. H.; SHAERI, M.; EBRAHIMI, M.; SALEHI, M. T.; SEYYEDEIN, S. H. Effect of ECAP temperature on microstructure and mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Progress in Natural Science: Materials International**, v. 26, n. 2, p. 182–191, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.PNSC.2016.03.003>
- SHAHMIR, H.; NAGHDI, F.; HENRIQUE PEREIRA, P. R.; HUANG, Y.; LANGDON, T. G. Factors influencing superplasticity in the Ti-6Al-4V alloy processed by high-pressure torsion. **Materials Science & Engineering A**, v. 718, p. 198–206, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.091>. Acesso em: 9 dez. 2021.
- SHEPPARD, T. Metallurgical features affecting the extrusion of aluminium alloys. **Extrusion of Aluminium Alloys**, p. 69–126, 1999. Disponível em: [https://doi.org/10.1007/978-1-4757-3001-2\\_3](https://doi.org/10.1007/978-1-4757-3001-2_3)
- SILVA, C.; MONTORO, L. A.; MARTINS, D. A. A.; MACHADO, P. A.; PEREIRA, P. H. R.; GONZALEZ, B. M.; LANGDON, T. G.; FIGUEIREDO, R. B.; ISAAC, A. Interface structures in Al-Nb205 nanocomposites processed by high-pressure torsion at room temperature. **Materials Characterization**, v. 162, n. October 2019, p. 110222, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110222>

SITDIKOV, O.; KRYMSKIY, S.; MARKUSHEV, M.; AVTOKRATOVA, E.; SAKAI, T. Effect of heat treatment on nanostructuring in high-strength aluminum alloy by severe plastic deformation. **Reviews on Advanced Materials Science**, v. 31, p. 62–67, 2012.

STOLYAROV, V. V.; LATYSH, V. V.; SHUNDALOV, V. A.; SALIMONENKO, D. A.; ISLAMGALIEV, R. K.; VALIEV, R. Z. Influence of severe plastic deformation on aging effect of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 234–236, p. 339–342, 1997 a. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(97\)00210-4](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(97)00210-4)

STOLYAROV, V. V.; LATYSH, V. V.; SHUNDALOV, V. A.; SALIMONENKO, D. A.; ISLAMGALIEV, R. K.; VALIEV, R. Z. Influence of severe plastic deformation on aging effect of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 234–236, p. 339–342, 1997 b. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00210-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00210-4)

STRAUMAL, B. B.; PONTIKIS, V.; KILMAMETOV, A. R.; MAZILKIN, A. A.; DOBATKIN, S. V.; BARETZKY, B. Competition between precipitation and dissolution in CuAg alloys under high pressure torsion. **Acta Materialia**, v. 122, p. 60–71, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.09.024>

STRAUMAL, B.; KORNEVA, A.; ZIEBA, P. Phase transitions in metallic alloys driven by the high pressure torsion. **Archives of Civil and Mechanical Engineering**, v. 14, n. 2, p. 242–249, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.acme.2013.07.002>

SUN, H. Q.; SHI, Y.-N.; ZHANG, M.-X.; LU, K. Plastic strain-induced grain refinement in the nanometer scale in a Mg alloy. **Acta Materialia**, v. 55, p. 975–982, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.09.018>

SZCZYGIEL, P.; ROVEN, H. J.; REISO, O. On the effect of SPD on recycled experimental aluminium alloys: Nanostructures, particle break-up and properties. **Materials Science and Engineering A**, v. 410–411, p. 261–264, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.051>. Acesso em: 9 jun. 2021.

VALIEV, R.; KAIBYSHEV, O.; KUZNETSOV, R.; MUSALIMOV, R.; TSENEV, N. The low-temperature superplasticity of metallic materials. **DOKLADY AKADEMII NAUK SSSR**, v. 301, n. 4, p. 864–866, 1988. Disponível em: <https://www-webofscience.ez27.periodicos.capes.gov.br/wos/woscc/full-record/WOS:A1988P962700023>. Acesso em: 1 set. 2021.

VALIEV, R. Z.; CHMELIK, F.; BORDEAUX, F.; KAPELSKI, G.; BAUDELET, B. The Hall-Petch relation in submicro-grained Al-1.5% Mg alloy. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 27, n. 7, p. 855–860, 1992. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/0956-716X\(92\)90405-4](https://doi.org/10.1016/0956-716X(92)90405-4)

VALIEV, R. Z.; ENIKEEV, N. A.; MURASHKIN, M. Y.; KAZYKHANOV, V. U.; SAUVAGE, X. On the origin of the extremely high strength of ultrafine-grained Al alloys produced by severe plastic deformation. **Scripta Materialia**, v. 63, p. 949–952, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.07.014>

- VALIEV, R. Z.; ESTRIN, Y.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G.; ZEHETBAUER, M. J.; ZHU, Y. T. Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation: Ten Years Later. **JOM**, v. 68, n. 4, p. 1216–1226, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11837-016-1820-6>
- VALIEV, R. Z.; ISLAMGALIEV, R. K.; ALEXANDROV, I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. **Progress in Materials Science**, v. 45, p. 103–189, 2000. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/s0965-9773\(99\)00061-6](https://doi.org/10.1016/s0965-9773(99)00061-6)
- VALIEV, R. Z.; IVANISENKO, Y. v; RAUCH, E. F.; BAUDELET, B. Structure and deformation behaviour of Armco iron subjected to severe plastic deformation. **Acta mater**, v. 44, n. 12, p. 4705–4712, 1996.
- VALIEV, R. Z.; KAZYKHANOV, V. U.; MAVLYUTOV, A. M.; YUDAKHINA, A. A.; CHINH, N. Q.; MURASHKIN, M. Y. Superplasticity and High Strength in Al–Zn–Mg–Zr Alloy with Ultrafine Grains. **Advanced Engineering Materials**, v. 22, n. 1, p. 1–7, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/adem.201900555>
- VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. **Progress in Materials Science**, v. 51, p. 881–981, 2006.
- VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. The 7th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation: A report of the International NanoSPD Steering Committee. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 194, n. 1, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1088/1757-899X/194/1/012001>
- WAWER, K.; LEWANDOWSKA, M.; WIECZOREK, A.; AIFANTIS, E. C.; ZEHETBAUER, M.; KURZYDŁOWSKI, K. J. Grain refinement in 7475 aluminium alloy via high-pressure torsion and hydrostatic extrusion. **Kovove Mater.**, v. 47, p. 325–332, 2009.
- WEN, H.; TOPPING, T. D.; ISHEIM, D.; SEIDMAN, D. N.; LAVERNIA, E. J. Strengthening mechanisms in a high-strength bulk nanostructured Cu–Zn–Al alloy processed via cryomilling and spark plasma sintering q. **Acta Materialia**, v. 61, p. 2769–2782, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.09.036>
- XU, C.; DOBATKIN, S. V.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Superplastic flow in a nanostructured aluminum alloy produced using high-pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v. 500, p. 170–175, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.09.049>
- XU, C.; FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Using ECAP to achieve grain refinement, precipitate fragmentation and high strain rate superplasticity in a spray-cast aluminum alloy. **Acta Materialia**, v. 51, n. 20, p. 6139–6149, 2003. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00433-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00433-6). Acesso em: 9 jun. 2021.
- XU, C.; FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Influence of ECAP on precipitate distributions in a spray-cast aluminum alloy. **Acta Materialia**, v. 53, p. 749–758, 2005 a.

- XU, C.; FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Influence of ECAP on precipitate distributions in a spray-cast aluminum alloy. **Acta Materialia**, v. 53, p. 749–758, 2005 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.10.026>. Acesso em: 20 dez. 2021.
- XUE, K.; WANG, B.; YAN, S.; BO, D.; LI, P. Strain-Induced Dissolution and Precipitation of Secondary Phases and Synergetic Stengthening Mechanisms of Al–Zn–Mg–Cu Alloy during ECAP. **Advanced Engineering Materials**, v. 21, n. 4, p. 1801182, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/adem.201801182>
- YANG, X.; YI, J.; NI, S.; DU, Y.; SONG, M. Microstructural Evolution and Structure-Hardness Relationship in an Al-4wt.%Mg Alloy Processed by High-Pressure Torsion. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 25, n. 5, p. 1909–1915, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11665-016-2044-1>
- ZEHETBAUER, M. J.; STÜWE, H. P.; VORHAUER, A.; SCHAFLER, E.; KOHOUT, J. The role of hydrostatic pressure in severe plastic deformation. **Advanced Engineering Materials**, v. 5, n. 5, p. 330–337, 2003. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/adem.200310090>
- ZHANG, J.; UPADHYAY, P.; HOVANSKI, Y.; FIELD, D. P. High-Speed Friction Stir Welding of AA7075-T6 Sheet: Microstructure, Mechanical Properties, Micro-texture, and Thermal History. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 49, n. 1, p. 210–222, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4411-4>
- ZHANG, Y.; JIN, S.; TRIMBY, P.; LIAO, X.; MURASHKIN, M. Y.; VALIEV, R. Z.; SHA, G. Strengthening mechanisms in an ultrafine-grained Al-Zn-Mg-Cu alloy processed by high pressure torsion at different temperatures. **Materials Science and Engineering: A**, v. 752, p. 223–232, 2019 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.094>
- ZHANG, Y.; JIN, S.; TRIMBY, P.; LIAO, X.; MURASHKIN, M. Y.; VALIEV, R. Z.; SHA, G. Strengthening mechanisms in an ultrafine-grained Al-Zn-Mg-Cu alloy processed by high pressure torsion at different temperatures. **Materials Science and Engineering: A**, v. 752, p. 223–232, 2019 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.094>
- ZHANG, Y.; JIN, S.; TRIMBY, P. W.; LIAO, X.; MURASHKIN, M. Y.; VALIEV, R. Z.; LIU, J.; CAIRNEY, J. M.; RINGER, S. P.; SHA, G. Dynamic precipitation, segregation and strengthening of an Al-Zn-Mg-Cu alloy (AA7075) processed by high-pressure torsion. **Acta Materialia**, v. 162, p. 19–32, 2019 c.
- ZHAO, H.; DE GEUSER, F.; KWIATKOWSKI DA SILVA, A.; SZCZEPANIAK, A.; GAULT, B.; PONGE, D.; RAABE, D. Segregation assisted grain boundary precipitation in a model Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Acta Materialia**, v. 156, p. 318–329, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.07.003>. Acesso em: 8 ago. 2019.
- ZHAO, Y. H.; LIAO, X. Z.; JIN, Z.; VALIEV, R. Z.; ZHU, Y. T. Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing. **Acta**

**Materialia**, v. 52, p. 4589–4599, 2004 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.06.017>. Acesso em: 12 jul. 2019.

ZHAO, Y. H.; LIAO, X. Z.; JIN, Z.; VALIEV, R. Z.; ZHU, Y. T. Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing. **Acta**

**Materialia**, v. 52, n. 15, p. 4589–4599, 2004 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ACTAMAT.2004.06.017>

ZHILYAEV, A. P.; LANGDON, T. G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. **Progress in Materials Science**, v. 53, n. 6, p. 893–979, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002>

ZHILYAEV, A. P.; NURISLAMOVA, G. V.; KIM, B.-K.; BARÓ, M. D.; SZPUNAR, J. A.; LANGDON, T. G. Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion. **Acta Materialia**, v. 51, p. 753–765, 2003.

## 5. CAPÍTULO 5 – DESENVOLVIMENTO

Nesta seção, serão apresentados os dois artigos que foram desenvolvidos ao longo dessa pesquisa. O primeiro artigo aborda a influência do processamento de torsão sob alta pressão no comportamento microestrutural e mecânico da liga Al-Zn-Mg-Cu (7xxx). A novidade do estudo é a formação de um duplo estágio de deformação quando aplicado alto grau de deformação plástica severa na liga com presença de precipitados, inicialmente, distribuídos na matriz antes do processamento mecânico. Este trabalho foi submetido no periódico *Journal of Alloys and Compounds* em 2022, intitulado: Evidência de endurecimento em dois estágios em uma liga Al-Zn-Mg-Cu processada por torsão sobre alta pressão (*Evidence for two-stage hardening in an Al-Zn-Mg-Cu alloy processed by high-pressure torsion*).

O segundo artigo apresenta a influência da estrutura inicial, previamente, submetida a tratamento térmico antes do processamento por HPT leva a uma redução de dureza na liga Al-Zn-Mg-Cu após grandes valores de deformação equivalente. O trabalho foi submetido na revista *Journal of Materials Science*, no ano de 2022, intitulado: Evidência de amolecimento em uma liga solubilizada de Al-Zn-Mg-Cu após processamento por até 100 voltas de torção sob alta pressão (*Evidence of strain softening in a solution treated Al-Zn-Mg-Cu alloy after processing by up to 100 turns in high-pressure torsion*).

### 5.1 – Evidência de endurecimento em dois estágios em uma liga Al-Zn-Mg-Cu processada por torção sob alta pressão

Igor C. dos Santos<sup>a</sup>, Eric M. Mazzer<sup>b</sup>, Roberto B. Figueiredo<sup>c</sup>, Terence G. Langdon<sup>d</sup> e Pedro Henrique R. Pereira<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte 31270-901, MG, Brazil.

<sup>b</sup>Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos 13565-905, SP, Brazil.

<sup>c</sup>Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte 31270-901, MG, Brazil.

<sup>d</sup>Grupo de Pesquisa em Materiais, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Southampton, Southampton SO17 1BJ, Reino Unido

**Resumo:** Os experimentos foram conduzidos para avaliar o efeito do esforço torcional na evolução microestrutural de uma liga Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu contendo partículas de segunda fase dispersas na matriz antes da deformação. Os resultados mostram que o material apresenta dois estágios de endurecimento distintos e consecutivos quando processado por meio de 1/8, 1, 5, 30, 50 e 100 voltas em torção sob alta pressão (*HPT*). Inicialmente, há um aumento na dureza Vickers de ~120 Hv, antes da deformação, para ~240 Hv, após 1 volta. Nesse primeiro estágio, o endurecimento ocorre, principalmente, por meio do acúmulo e do rearranjo de discordâncias em células finas/subgrãos. Uma condição quase estacionária é alcançada com a aplicação de mais deformação, ocasião em que a microdureza permanece quase constante e o tamanho do grão é de ~140 nm até 30 voltas. Posteriormente, a microestrutura consiste em grãos ultrafinos e ligeiramente alongados, mas as partículas de segunda fase são continuamente fragmentadas. Essa fragmentação produz um novo estágio de endurecimento e o desenvolvimento de uma matriz com grãos altamente alongados e com um tamanho médio de ~93 nm após 100 voltas de *HPT*. Os resultados confirmam que o endurecimento em dois estágios é consistente com o endurecimento de Hall-Petch e o desenvolvimento do segundo estágio é atribuído à redução na mobilidade de contornos de grãos pela segregação de solutos.

**Palavras-chave:** Liga de alumínio; Segregação em contornos de grãos; Características de endurecimento; Torção sob alta pressão; Saturação microestrutural.

### 5.1.1 INTRODUÇÃO

O alumínio puro é reconhecido como sendo um metal leve com alta formabilidade e resistência à corrosão, porém com baixa resistência mecânica na condição fundida. Assim, os elementos de liga são, geralmente, adicionados ao alumínio para melhorar suas propriedades e expandir sua gama de aplicações. As ligas de alumínio categorizadas dentro da série 7xxx são compostas, principalmente, de Al, Zn, Mg e Cu que proporcionam maior capacidade de resistência mecânica por meio do endurecimento por solução sólida e precipitação [1,2]. Uma maior resistência pode ser alcançada em ligas de alumínio por meio do processamento por deformação plástica severa (*SPD*), em que altas deformações são impostas nas amostras, promovendo o refinamento de grãos até ordens nanométricas [3–6]. No procedimento de *SPD* por torção sob alta pressão (*HPT*), os discos são comprimidos entre cilindros maciços e, posteriormente, são submetidos a esforço de torção através da rotação de um cilindro a uma velocidade constante [6–8]. Essa técnica é especialmente, mais viável porque tem a capacidade de produzir materiais com tamanhos de grãos excepcionalmente pequenos [9,10] e com uma grande fração de contornos de grãos com altos ângulos de desorientação [11].

Uma grande variedade de ligas de Al-Zn-Mg-Cu foi processada com sucesso pelas técnicas de *SPD* pelo uso dos procedimentos de prensagem em canal angular (*ECAP*) [12–21], deformação por fricção (*FSP*) [22–26] e deformação sobre alta pressão (*HPT*) [14,15,27–35]. Essas ligas apresentam rápida cinética de envelhecimento, mesmo a baixas temperaturas homólogas, o que reduz drasticamente a sua trabalhabilidade. Portanto, o *ECAP*, geralmente, é realizado, imediatamente, após um tratamento de solução para ligas de alumínio processadas à temperatura ambiente, o que permite o processamento por 1-2 passagens sem produzir qualquer fratura no material [12,13]. Passes adicionais podem ser impostos aos tarugos de Al sem a introdução de qualquer fratura, seja pelo processamento em temperatura ambiente usando uma pressão contrária de  $\sim 180$  MPa [36], seja usando temperaturas de processamento mais altas [14,15,37].

A fratura devido à precipitação não é um grande problema durante a técnica de *FSP*, pois as altas taxas de deformação, inerentes a essa técnica, promovem um grande aumento na temperatura da peça de trabalho durante o processamento [22]. No entanto, esse aumento de temperatura acelera a cinética de recuperação e dificulta o nível de refinamento de grãos após o *FSP* [22–26]. A imposição de pressões hidrostáticas elevadas durante o processamento de *HPT* [38,39] impede a fratura do material, o que permite uma adaptação das microestruturas com grãos nanoestruturados, mesmo quando se processam metais com baixa trabalhabilidade [40–43]. Além disso, foi demonstrado através de experimentos e de modelagem que o aumento da temperatura em discos de *HPT* é limitado e pode ser ainda mais reduzido usando cilindros maiores ou velocidades de rotação menores [44–46]. Assim, o uso do *HPT* oferece uma rota mais eficaz para produzir estruturas de grãos ultrafinos (*UFG*) sem prejudicar a integridade das amostras.

Em estudos recentes, uma liga de Al-5,6%Zn-2,5%Mg-1,6% (Al 7075) foi submetida ao processamento por *HPT* por duas rotas diferentes [15,47]. No primeiro conjunto de experimentos, a liga foi recozida e, posteriormente, processada por *HPT* até uma aparente saturação de dureza. Por um lado, após 10 voltas, o metal exibiu grãos quase equiaxiais, com um tamanho médio de  $\sim 500$  nm e uma dureza de saturação de  $\sim 230$  Hv. Por outro lado, na segunda rota, a mesma liga foi submetida a 8 passes de *ECAP* antes do *HPT*. Isso levou aos maiores endurecimento e refinamento de grãos, de modo que, após 20 voltas, a liga exibiu uma dureza média de  $\sim 270$  Hv e um tamanho de grão de  $\sim 200$  nm. Portanto, o tamanho mínimo de grão e o nível de resistência mecânica, alcançados em ligas de Al-Zn-Mg-Cu por meio de *HPT*, parecem depender da história termomecânica anterior ao processamento.

Existem várias investigações demonstrando que fenômenos como fragmentação de fase, segregação de solutos nos contornos de grãos e precipitação dinâmica podem ocorrer em ligas complexas de Al após altos níveis de deformação e a temperaturas homólogas baixas durante o processamento por *SPD* [31,48–53]. A presença de precipitados nanométricos e de segregação de solutos tende a dificultar a migração dos contornos de grãos e, assim, promover refinamento adicional em ligas processadas por *SPD* [48,54,55]. Deve-se notar também que esses metais, potencialmente, tendem à apresentar estabilidade microestrutural superior devido à estabilização dos contornos de grãos, conforme relatado, recentemente, para diferentes ligas de Al [56–59].

Embora existam numerosos estudos examinando a influência do processamento do *HPT* na evolução microestrutural em ligas de Al-Zn-Mg-Cu, esses estudos, geralmente, submetem as peças ao máximo de ~10-20 voltas de *HPT*, de modo que o metal possa não ter atingido ainda um estado, verdadeiramente, saturado [14,15,27–34]. Nessas investigações, as ligas de Al exibem um único estágio de endurecimento, descrito por um modelo de endurecimento convencional conhecido como endurecimento sem recuperação [60], amplamente reportado para diversos metais processados e por diferentes técnicas de *SPD* a baixas temperaturas homólogas [61]. No entanto, estudos recentes demonstram que as ligas de Al podem atingir uma nova condição metaestável e exibem resistência mecânica superior após o processamento de *HPT*, impondo deformações muito grandes [62,63].

Assim, a presente pesquisa foi planejada para investigar a influência do esforço torcional na evolução microestrutural e no comportamento mecânico de uma liga de Al-Zn-Mg-Cu com dispersão de precipitados finos antes do processamento por *HPT* (como extrudado). Para desencadear as transformações associadas à redistribuição das partículas de segunda fase, o processamento por *HPT* foi conduzido na temperatura ambiente até um total de 100 revoluções, a fim de avaliar criticamente se as condições propostas promovem um refinamento na estrutura de grãos e a maior resistência mecânica.

### 5.1.2 MATERIAIS E MÉTODOS

Uma liga comercial Al 7050 com composição nominal de Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu-0,2Fe-0,08Zr (em %peso) foi utilizada neste estudo. A liga foi fabricada a partir de cavacos de usinagem de Al 7050, reciclados por meio da técnica de *spray forming* seguida de extrusão a 623 K numa relação de 13:1 [1,64]. Discos com diâmetros de ~10 mm e espessuras de ~1 mm foram usinados a partir do material extrudado e foram processados por *HPT* na temperatura ambiente por meio de cilindros

com restrição parcial (*quasi-constrained anvils*) [44,65,66]. As peças de trabalho foram, inicialmente, comprimidas dentro dos cilindros até atingir uma pressão nominal inicial de  $\sim 6,0$  GPa. Posteriormente, o cilindro inferior foi rotacionado a uma velocidade constante de  $\sim 2$  rpm para um total de 1/8, 1, 5, 30, 50 e 100 revoluções.

As amostras processadas por *HPT* foram lixadas com papéis abrasivos e polidas com pasta de diamante de  $1 \mu\text{m}$  para examinar as distribuições de microdureza ao longo da seção média dos planos paralelos às superfícies inferior e superior de cada disco. As medidas de dureza foram registradas usando um microdurômetro FM700 equipado com um indentador Vickers sob uma carga constante de 300 gf e com um tempo de permanência de 10 s. A microdureza Vickers foi avaliada em todo o diâmetro de cada amostra por meio do procedimento descrito anteriormente [67]. Os valores de dureza em cada posição foram calculados como a média das medidas registradas a partir de 4 marcações separadas por 0,15 mm dos pontos selecionados. Idêntica metodologia foi utilizada para avaliar a microdureza ao longo do diâmetro do material extrudada, correspondente a condição inicial (sem processamento).

As microestruturas da liga Al-Zn-Mg-Cu foram examinadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando um microscópio FEI Quanta 200 FEG (*Field Emission Gun*) operado a 15 kV e equipado com um detector PEGASUS EDS/EBSD integrado. A preparação da amostra envolveu o mesmo procedimento utilizado para as análises de microdureza, incluindo polimento adicional com  $0,06 \mu\text{m}$  de sílica coloidal. As observações foram realizadas na seção central do disco não processado e em amostras submetidas a 1/8, 1, 30 e 100 voltas de *HPT*. O tamanho e a distribuição de microcavidades e de precipitados foram avaliados no centro e na borda das ligas processadas por *HPT*, conforme indicado na Figura 5.1. Além disso, foi utilizada espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDS) para estimar o número de elementos na matriz Al e partículas de segunda fase.

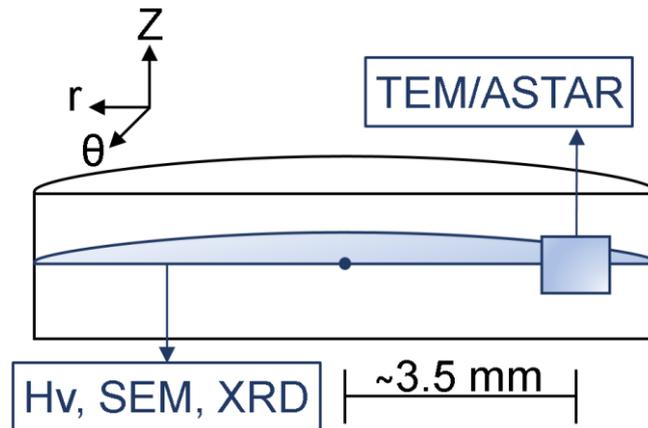


Figura 5.1: Ilustração esquemática das posições de amostragem associadas às análises microestruturais realizadas nos discos da liga Al 7050

As estruturas de grãos nos discos processados por 1, 30 e 100 rotações foram examinadas por microscopia eletrônica de transmissão (MET) em se utilizando um microscópio FEI Tecnai F20 operado a 200 kV. Foram extraídas lamelas das bordas do disco por meio de fresamento de feixe de íons focalizados no microscópio FEG FEI Quanta 3D. As espessuras dessas lamelas situavam-se perpendiculares às direções  $r$  e  $z$ , conforme Figura 5.1, de modo que as observações foram realizadas no plano  $\theta$  para todas as amostras. Os mapas de orientação foram registrados no MET, utilizando ACOM (*Automatic Crystallographic Orientation Mapping*) sobre o sistema ASTAR NanoMegas. Padrões de difração de Kikuchi (*TKD*) foram coletados em cada lamela seguindo um padrão retangular com um passo de 5 nm. Esses padrões foram usados para gerar mapas de orientação após um procedimento de limpeza, incluindo remoção de dados mal indexados e dilatação de grãos usando o software MTEX [68]. Os pontos não indexados e não indexados corresponderam a <10 % dos dados adquiridos.

As análises de difração de raios X (DRX) foram realizadas utilizando um difratômetro PANalytical C'Pert Pro com radiação  $\text{Co K}\alpha 1$  ( $\lambda = 1,7890 \text{ \AA}$ ). Os padrões de DRX foram registrados ao longo das superfícies dos discos por meio de varreduras  $\theta$ - $2\theta$ , realizadas a partir de  $2\theta = 10$ - $90^\circ$ , mediante passo de tempo de 3 s e um incremento angular de  $0,02^\circ/\text{passo}$ . Os difratogramas foram utilizados para estimar tanto o tamanho do cristalito quanto a densidade de discordâncias ( $\rho$ ) no software Convolutional Multiple Whole Profile (*CMWP*) [69]. O perfil instrumental foi adquirido com pó de hexaboreto de lantânio (LaB6).

### 5.1.3 RESULTADOS EXPERIMENTAIS

#### 5.1.3.1 Microdureza

A Figura 5.2 mostra a variação da microdureza Vickers em função da distância dos centros dos discos de Al-Zn-Mg-Cu após o processamento por até 100 voltas de *HPT*. Observa-se que a liga não processada exibe uma distribuição uniforme de dureza com valores na faixa de ~120-130 Hv e que após 1/8 de volta, a microdureza aumenta em toda a superfície do disco e atinge valores de >200 Hv em raios > 4 mm.

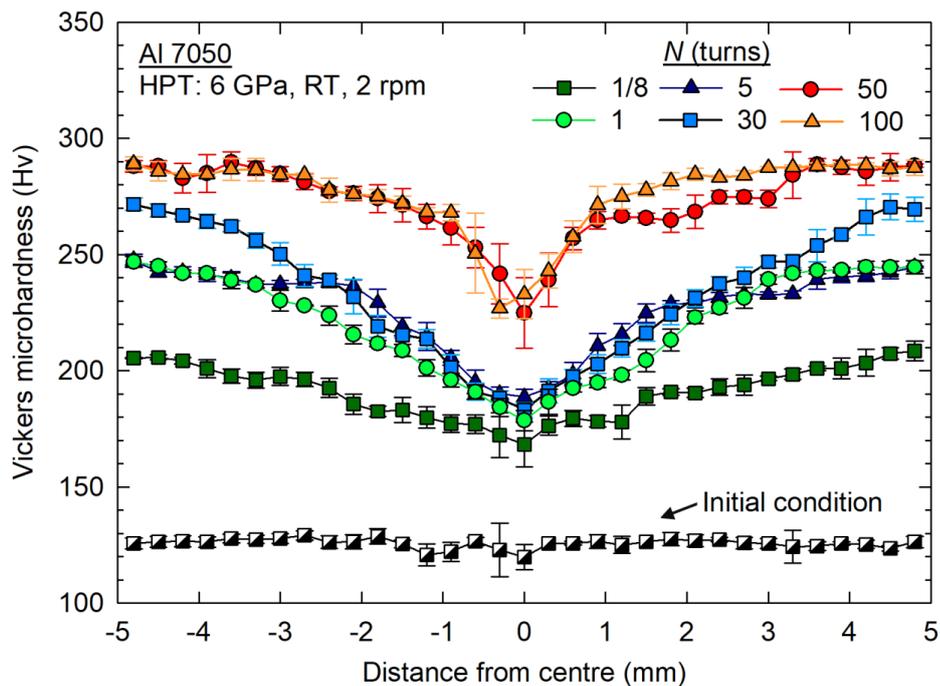


Figura 5.2: Variação da microdureza Vickers em relação a distância dos centros do disco para as amostras de Al 7050 no estado inicial e após processamento por *HPT*.

A distribuição de dureza torna-se mais heterogênea após uma volta de *HPT* com a microdureza Vickers variando de ~180 a ~250 Hv no centro e na borda do disco, respectivamente. No entanto, para deformações adicionais, não há aumento aparente nos valores de dureza na borda da liga após um aumento no número de rotações de 1 para 5. Isso é consistente com experimentos anteriores realizados com uma liga Al 7075, que mostraram uma saturação de dureza aparente após o processamento através de 5-10 voltas [14,33].

Apesar dessa saturação aparente, é observado que a microdureza Vickers aumenta significativamente após 30 rotações, de modo que valores de ~270 Hv são registrados na borda do disco. O processamento para 50 voltas leva ao endurecimento adicional na liga e, finalmente, produz uma condição de saturação razoável. Assim, o metal processado por 50 rotações de *HPT* atinge uma dureza máxima de ~290 Hv na área da borda e esse valor de dureza se estende às posições radiais internas após 100 voltas, embora, nessa condição, valores inferiores a 250 Hv permaneçam evidentes no centro do disco.

### 5.1.3.2 Evolução das partículas de segunda fase

A microestrutura da liga Al 7050 antes do processamento por *HPT* foi analisada por MEV e os resultados representativos são exibidos na Figura 5.3. A imagem de elétrons secundários (*SE*) na Figura 5.3 (a) revela a presença de microcavidades que têm até centenas de micrômetros de comprimento dentro do disco não processado. Essas cavidades são, geralmente, características de metais fabricados pelo processo de *spray forming* e não foram, totalmente, fechadas pela extrusão subsequente. O exame com elétrons retroespalhados (*BSE*) mostra partículas de segunda fase na liga extrudada, conforme indicado em duas ampliações na Figura 5.3 (b) e (c). A composição média dessas estruturas foi estimada através de várias medidas de *EDS* que permitiram sua classificação em duas categorias separadas.

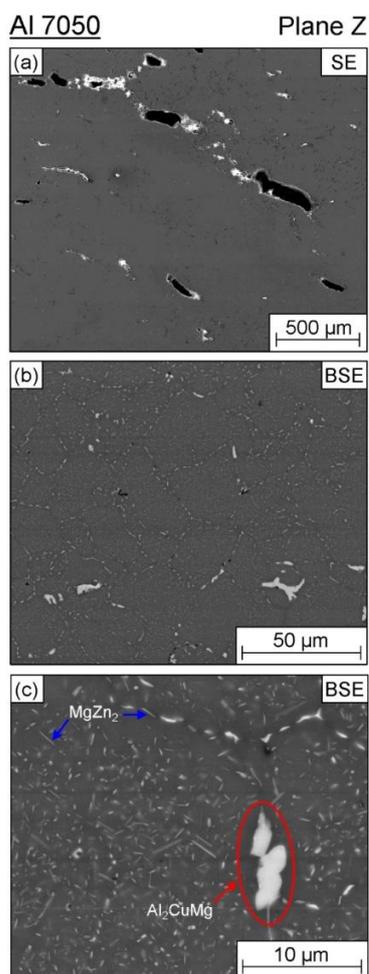


Figura 5.3: Micrografias de MEV mostrando a distribuição de microcavidades e partículas de segunda fase ao longo da superfície de um disco Al 7050, imediatamente, antes do processamento de *HPT*: (a) imagem de elétrons secundários (*SE*), (b, c) imagens de elétrons retroespalhados (*BSE*) em duas ampliações diferentes.

O primeiro grupo corresponde as fases grosseiras com alguns micrômetros de tamanho, localizadas, essencialmente, nos contornos de grãos, nos quais essas partículas exibem um contraste brilhante e têm uma estequiometria semelhante aos intermetálicos  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ , conforme estudos anteriores [1,64]. Existem também algumas fases com gradientes de cor mostrando contraste escuro em suas áreas internas e região brilhante por fora. Foi revelado por meio de medições por *EDS* que essas áreas escuras são ricas em Fe e têm uma composição com uma estreita semelhança com os compostos  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ , ao passo que as áreas brilhantes são ricas em Cu.

O segundo grupo corresponde a precipitados de  $\text{MgZn}_2$  finamente dispersos que apresentam formas semelhantes a agulhas ou a placas com um comprimento médio de  $\sim 120$  nm. Essas partículas cobrem a maior parte dos contornos de grãos e são, uniformemente, distribuídas dentro dos grãos, exceto para as zonas livres de precipitados, como evidenciado na Figura 5.3 (c). A ocorrência de nucleação heterogênea no metal extrudado permitiu uma fácil identificação dos contornos de grãos. Assim, o tamanho do grão da liga Al na condição inicial foi estimado em  $\sim 20$   $\mu\text{m}$  usando o método de diâmetro de círculo equivalente no software *Image J*.

As microestruturas da liga de Al 7050 processadas por 1/8, 1, 30 e 100 voltas foram examinadas por MEV em imagens obtidas por *BSE* nos centros e bordas dos discos *HPT*, conforme mostrado na Figura 5.4 e Figura 5.5, respectivamente. A análise da Figura 5.4 (a) revela a existência de cavidades alongadas no centro da amostra processada por 1/8 de volta e, nessa fase, as microcavidades têm até dezenas a centenas de micrometros de comprimento. Após uma revolução, há uma redução no número de cavidades e elas tendem a se alinhar paralelamente à direção tangencial, tornando os vazios estreitamente espaçados em vez de fissuras estendidas e ramificadas. O tamanho e a fração de área das cavidades diminuem após 30 voltas de *HPT*, mas alguns vazios permanecem visíveis mesmo após 100 rotações. Ambos os tipos de intermetálicos permaneceram visíveis nas amostras, mas os precipitados de  $\text{MgZn}_2$  se tornaram, essencialmente, indistinguíveis nas imagens de MEV.

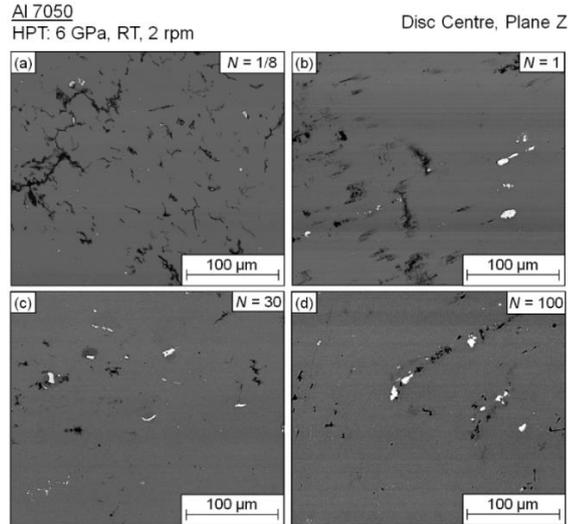


Figura 5.4: Imagens de *BSE* obtidas no centro de discos Al 7050 processadas por (a) 1/8, (b) 1, (c) 30 e (d) 100 voltas de *HPT* à temperatura ambiente.

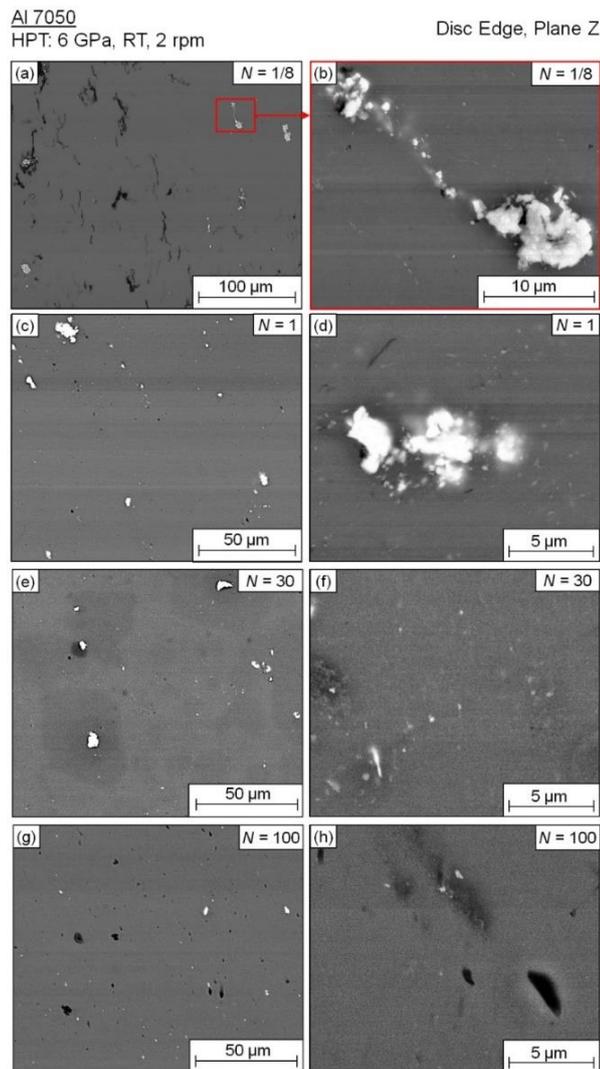


Figura 5.5: Imagens de *BSE* obtidas em diferentes ampliações nas bordas dos discos da liga Al 7050 processados por (a, b) 1/8, (c, d) 1, (e, f) 30 e (g, h) 100 voltas de *HPT*.

Da Figura 5.5, observa-se que a eliminação de microcavidades através do processamento de *HPT* é mais eficaz nas bordas dos discos. Após 1/8 de volta, há menos fissuras nas regiões mais radiais do disco e, mesmo no estágio inicial do processamento, as cavidades já estão alinhadas paralelamente à direção tangencial. Essas cavidades alongadas são, gradualmente, fechadas com esforço crescente e se transformam em matrizes de finos vazios. Em seguida, os microvazios se alinham com a direção de cisalhamento no metal processado por uma volta (Figura 5.5 (c)) e exibem uma distribuição aleatória após 30 voltas.

A ausência de partículas de  $MgZn_2$  nas imagens de *BSE* próximas às bordas do disco do lado direito da Figura 5.5 é compatível com a dissolução de precipitados durante o processamento por *HPT*, fenômeno documentado, anteriormente, para uma liga Al 7075 submetida a *HPT* em condições semelhantes [31,50]. Um exame da Figura 5.5 também revela que os intermetálicos, inicialmente, grosseiros são, gradualmente, fragmentados com um número crescente de voltas e isso também foi documentado em vários estudos anteriores para grandes partículas de segundas fases em ligas Al processadas por *SPD* [18,27,70–72]. Esse processo é mostrado na Figura 5.5 (b) e (d) em que as partículas finas se desprendem dos intermetálicos maiores.

Para cada condição de processamento, o tamanho médio dos intermetálicos foi estimado a partir de medições dos diâmetros equivalentes de >100 partículas nas imagens de *BSE* obtidas nas bordas do disco e esses resultados são apresentados no histograma da Figura 5.6. Observa-se que as fases grosseiras na liga extrudada exibem um diâmetro médio de  $\sim 5 \mu m$  e são reduzidas para  $\sim 4 \mu m$  após uma volta. Deformações adicionais levam à fragmentação de partículas, de modo que essas fases exibem diâmetros de  $\sim 1 \mu m$  e  $\sim 600 \text{ nm}$  após 30 e 100 rotações de *HPT*, respectivamente.

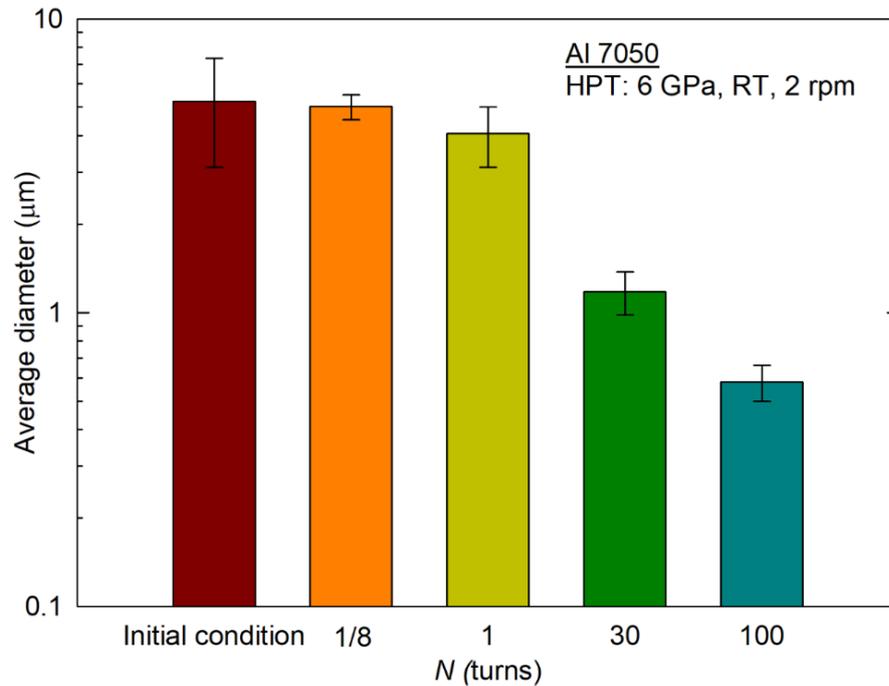


Figura 5.6: Histogramas mostrando os diâmetros médios de partículas de segunda fase para discos da liga Al 7050 processados através de diferentes números de voltas de *HPT*.

A Figura 5.7 apresenta os padrões de difração de raios X juntamente com gráficos dos tamanhos estimados de cristalitos e de densidades de discordâncias ( $\rho$ ) em função do número de voltas para discos de Al 7050 processados por até 100 voltas de *HPT*. O difratograma do metal extrudado mostra vários picos associados aos precipitados de  $\text{MgZn}_2$ . Ele também exibe dois picos originários de reflexões de planos de rede de  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  e um pico dificilmente distinguível a  $2\theta \approx 40^\circ$  que foi indexado como  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ . Essas análises são consistentes com a microestrutura observada na Figura 5.3 e com experimentos anteriores [1]. Além disso, todos os picos associados às segundas fases estão ausentes nos perfis de raios-X da liga processada por *HPT*, o que sugere diminuição significativa em seu tamanho ou mesmo dissolução desses precipitados.

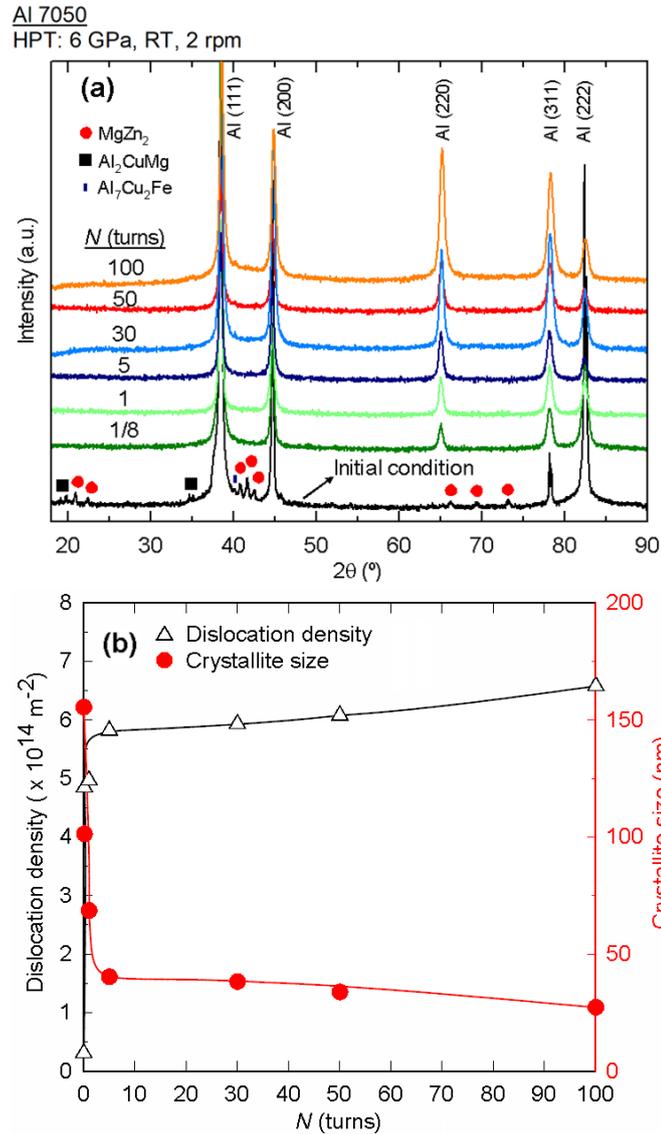


Figura 5.7: (a) Padrões de difração de raios X e (b) gráficos de tamanho de cristalito e de densidade de discordâncias em função do número de voltas para discos da liga Al 7050 submetidos até 100 voltas de processamento por HPT.

### 5.1.3.3 Evolução da estrutura de grãos

A Figura 5.7(b) demonstra que o metal processado por 1 volta exibe um tamanho médio de cristalito, ponderado por área de  $\sim 70 \text{ nm}$  e, conseqüentemente, é reduzido para  $\sim 40 \text{ nm}$  após 5 voltas, quando parece se estabilizar. Essa tendência de redução no tamanho do cristalito é então restabelecida após 30 voltas, de modo que a liga de Al 7050 exibe um tamanho de cristalito  $< 30 \text{ nm}$  após 100 rotações. A liga extrudada exibe uma densidade de discordância de  $\sim 3,1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ , no entanto, a densidade aumenta em mais de uma ordem de magnitude e atinge um valor de  $\sim 5,8 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  após 5 revoluções. Posteriormente, os valores de  $\rho$  permanecem, praticamente,

inalterados até 30 voltas de *HPT*, quando novamente mostram uma tendência ascendente com  $\rho \approx 6,6 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  após 100 revoluções.

As estruturas dos grãos da liga Al 7050 foram examinadas por meio de varreduras de *TKD* realizadas em áreas localizadas a  $\sim 3,5 \text{ mm}$  dos centros de cada disco. A Figura 5.8 mostra mapas de orientação da liga Al-Zn-Mg-Cu processada por 1, 30 e 100 voltas, respectivamente. Os contornos de grãos de alto ângulo (*HAGBs*) com ângulos de desorientação  $>15^\circ$  são delineados em preto e os contornos de grãos de baixo ângulo (*LAGBs*) são coloridos em vermelho.

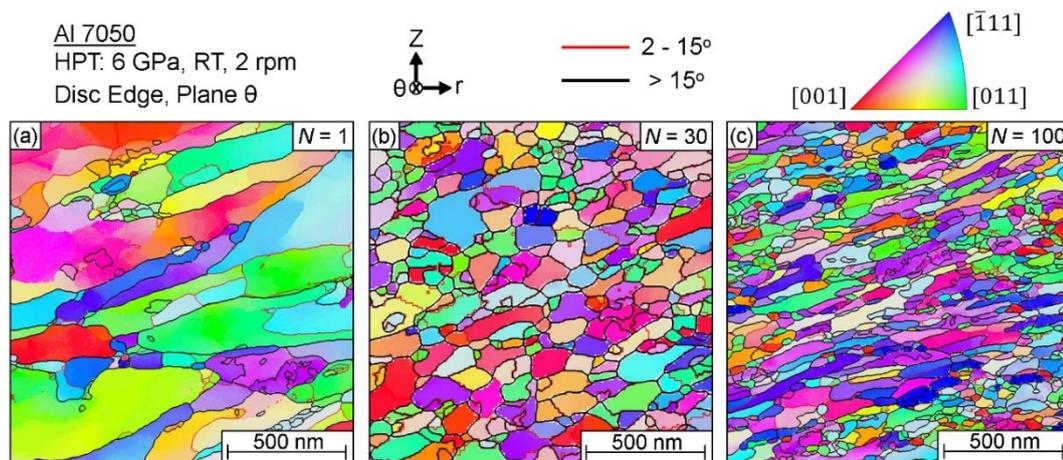


Figura 5.8: Mapas de orientação da liga Al 7050 processada por (a) 1, (b) 30 e (c) 100 voltas de *HPT* na temperatura ambiente.

Da Figura 5.8 (a), resta claro que o metal processado por uma volta *HPT* apresenta grãos alongados com muito poucos subgrãos no seu interior. Após 30 revoluções, há uma matriz homogênea de grãos com proporções muito mais baixas e apenas alguns *LAGBs* restantes. É surpreendente notar também que os grãos da liga processada através de 100 voltas são ainda mais refinados e se tornam mais alongados em uma única direção.

A Figura 5.9 mostra histogramas (a) da distribuição dos diâmetros dos grãos por área e (b) os ângulos de desorientação para o material processado por *HPT*. Por conveniência, os valores do tamanho de grão ponderado por área,  $d$ , os eixos de grãos maiores e menores e as frações de *HAGBs* são resumidos na Tabela 5.1. Os resultados mostram que grãos com alta razão de aspecto constituem a maior parte da microestrutura após o processamento por uma volta. No entanto, há uma população menor de grãos ultrafinos nos limites das estruturas grosseiras e esses exibem tamanhos comparáveis aos posteriores a 30 voltas.

Al 7050

HPT: 6 GPa, RT, 2 rpm

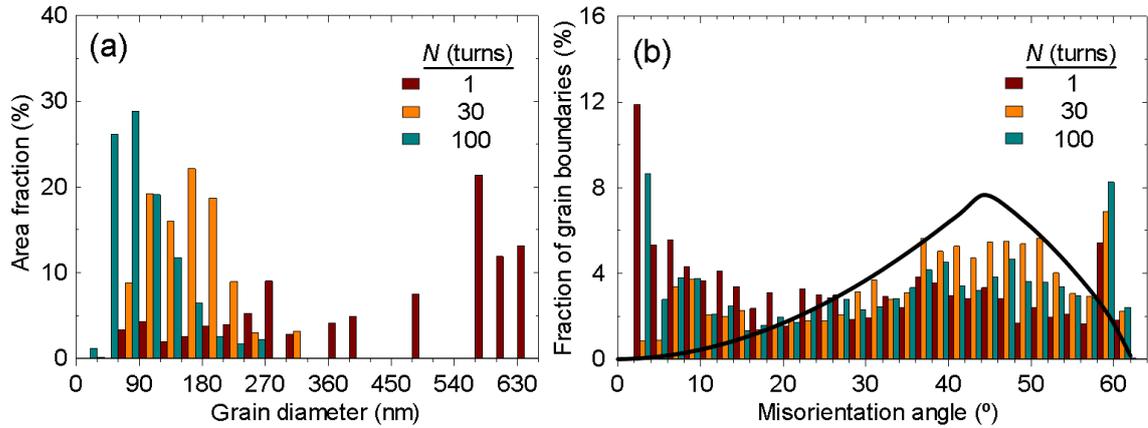


Figura 5.9: Histogramas (a) dos diâmetros dos grãos por área e (b) os ângulos de desorientação para a liga Al 7050 processada por 1, 30 e 100 voltas de *HPT*: a curva sólida em (b) mostra a distribuição convencional de Mackenzie.

Tabela 5.1: Tamanho de grão, valores médios dos eixos de grãos menores e maiores, razão de aspecto e fração de *HAGBs* para uma liga Al 7050 processada por diferentes revoluções de *HPT*.

<i>N</i> (voltas)	Tamanho grão - $d^*$ (nm)	Eixo menor* (nm)	Eixo maior* (nm)	Razão de aspecto* (-)	Fração de <i>HAGBs</i> (%)
1	410 ± 190	140 ± 70	1350 ± 670	10.4	65
30	140 ± 60	75 ± 32	294 ± 226	3.9	87
100	93 ± 50	33 ± 17	320 ± 290	9.5	76

\*Área-ponderada

Uma inspeção da Figura 5.9 (a) revela que a distribuição dos diâmetros dos grãos é menos dispersa após 30 rotações e é deslocada para tamanhos de grãos menores. Há uma redução significativa nas proporções dessas estruturas que foram refinadas para  $d \approx 140$  nm. Isso é compatível com experimentos anteriores em ligas de Al-Zn-Mg-Cu, nos quais grãos, aproximadamente, equiaxiais com tamanhos médios de  $\sim 120$ - $310$  nm foram obtidos por meio do processamento por *HPT* [15,29–33]. Após 100 voltas, a liga exibe um tamanho médio de grão de  $\sim 93$  nm, as estruturas de grãos tornam-se mais alongadas e exibem uma proporção comparável à medida ao longo das seções transversais de discos de Ta processados por *HPT* até a saturação microestrutural a uma temperatura homóloga de  $\sim 0,2$  [73,74].

Os resultados na Figura 5.9 (b) e da Tabela 5.1 demonstram que a liga Al 7050 continua a apresentar uma grande fração de *LAGBs* ( $\sim 35\%$ ) após uma volta de *HPT*. Se por um lado, essa

fração diminui para ~13 % após 30 voltas e o histograma correspondente aos ângulos de desorientação mostra uma semelhança mais próxima com a distribuição padrão de Mackenzie [75], delineada pela curva sólida na Figura 5.9 (b), por outro lado, a deformação adicional até 100 voltas promove um aumento na fração de *LAGBs*, especialmente evidente para ângulos  $<6^\circ$ . Deve-se notar também que Figura 5.9 (b) mostra uma grande fração de contornos com ângulos de desorientação de  $60^\circ$  após o processamento através de 100 voltas. Assim, a fração desses limites aumenta com o aumento do esforço torcional, sugerindo o desenvolvimento de maclas coerentes  $\Sigma 3 60^\circ <111>$  [76,77].

A Figura 5.10 exibe imagens de campo claro e de alta resolução de MET das microestruturas nas bordas dos discos da liga Al 7050 processadas por 1, 30 e 100 voltas de *HPT*. A Figura 5.10 (a) mostra a presença de emaranhados de discordâncias dentro de grãos alongados para a liga processada por uma volta. Na Figura 5.9 (b), essas estruturas evoluem para grãos quase equiaxiais após 30 revoluções e posterior deformação promove o desenvolvimento de grãos nanométricos com alta razão de aspecto, como apresentado na Figura 5.9 (d). Esses grãos são, particularmente, livres de defeitos internos, embora alguns deslocamentos isolados sejam visíveis nas imagens de MET.

Uma inspeção ampliada revela que alguns dos contornos de grãos no disco processado por 30 voltas exibem um contraste escuro, conforme demonstrado na Figura 5.10 (c). A quantidade de contornos que aparecem escuros aumentam após o processamento em 100 rotações e alguns domínios nanométricos aparecem dentro das microestruturas dos discos deformados, como é evidente na Figura 5.10 (e) e (f). Essas características sugerem a ocorrência de segregação e precipitação nos contornos de grãos durante o processamento por *HPT*, conforme relatado também para ligas similares processadas em *SPD* [37,48,50].

Al 7050

HPT: 6 GPa, RT, 2 rpm

Disc Edge, Plane  $\theta$

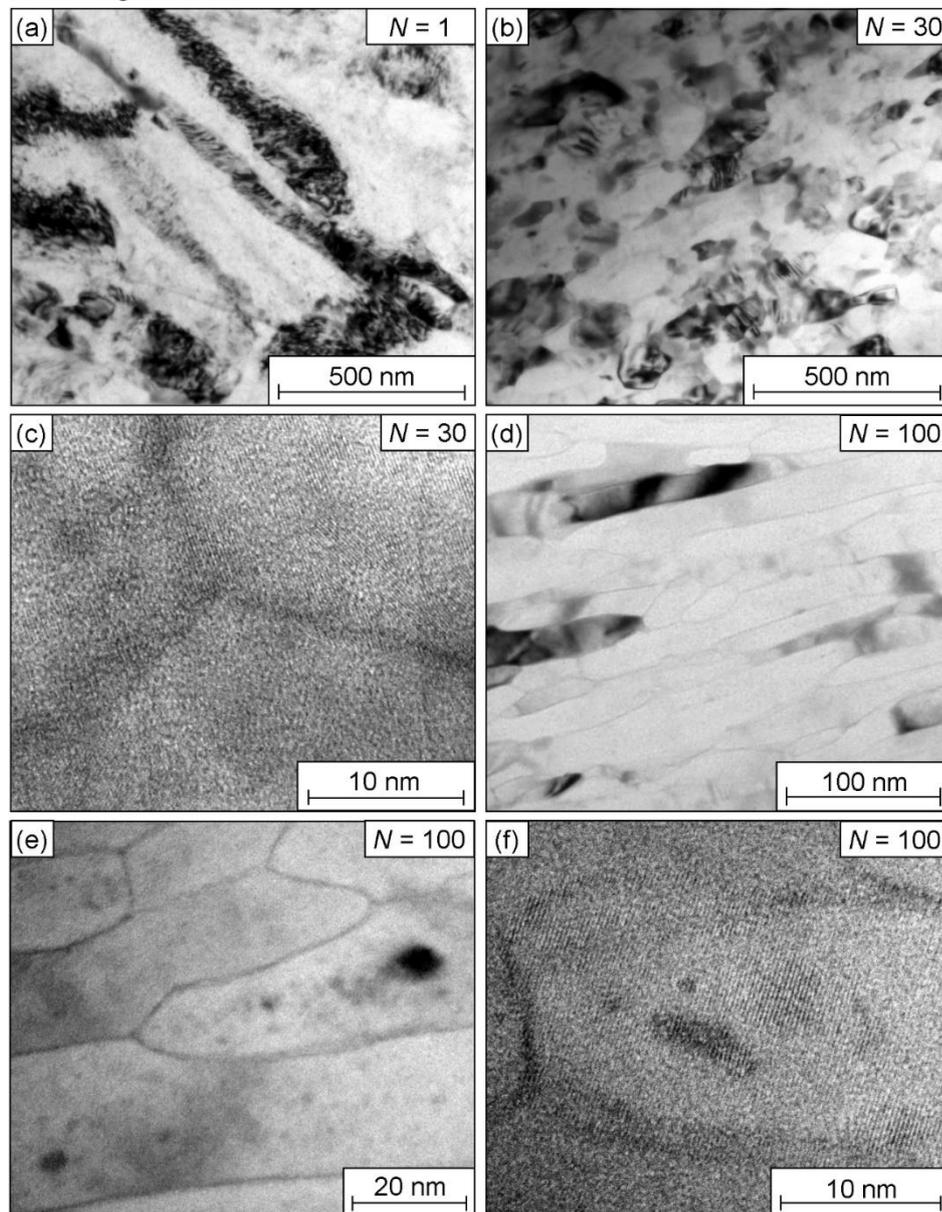


Figura 5.10: Imagens de MET em diferentes ampliações mostrando detalhes das estruturas de grãos da liga Al 7050 processadas por (a) 1, (b, c) 30 e (d, e, f) 100 voltas de *HPT*

#### 5.1.4 DISCUSSÃO

##### 5.1.4.1 Efeito dos parâmetros de *SPD* na resistência mecânica da liga Al-Zn-Mg-Cu

Este estudo demonstra que o processamento de uma liga de Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu (Al 7050) por meio da técnica de *HPT* leva a uma sequência complexa de mudanças estruturais, incluindo o fechamento de cavidades internas e fragmentação concomitante de precipitados e refinamento de grãos. Em última análise, a liga submetida a 100 voltas de *HPT* exibe uma matriz homogênea de

grãos com um tamanho médio, excepcionalmente, pequeno de ~93 nm. Isso contribui para a obtenção de uma excelente resistência mecânica, como é comprovado pela dureza, notavelmente, alta de ~290 Hv na liga processada por *HPT*.

Para visualizar a influência do processamento de *HPT* na resistência mecânica e no nível de refinamento de grãos em ligas de Al-Zn-Mg-Cu, o tamanho mínimo de grão alcançado em diferentes estudos e os valores de dureza correspondentes estão listados na Tabela 5.2, juntamente com informações sobre as composições e o processamento termomecânicos das ligas. Para além do processamento de *HPT* [14,15,27–34], os dados incluem também materiais tratados por *ECAP* [12,13,36] e *FSP* [22–26].

Tabela 5.2: Resultados de tamanho de grão e dureza Vickers em ligas de Al-Zn-Mg-Cu após processamento por *SPD*.

Composição da liga (%peso)	Condição inicial	Procedimento de <i>SPD</i>	Tamanho grão ( $\mu\text{m}$ )	Microdureza Vickers (Hv)	Referências
Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu (Al 7050)	<i>Spray forming</i> + extrusão a 623 K	<i>HPT</i> : 6 GPa, <i>RT</i> , 100 voltas	~0,09	289	Este estudo
Al-9,4Zn-2,5Mg-2,5Cu (Al 7136)	Solubilização a 743 K + envelhecimento a <i>RT</i> por 10 min	<i>HPT</i> : 6 GPa, <i>RT</i> , 2 voltas	~0,10	256	(DUAN <i>et al.</i> , 2010b)
		<i>ECAP</i> + <i>HPT</i> : 6 GPa, <i>RT</i> , 2 voltas	~0,04	279	
Al-8,1Zn-2,2Mg-2,3Cu (Al 1965)	Solubilização a 733 K	<i>HPT</i> : 6 GPa, <i>RT</i> , 10 voltas <sup>a</sup>	~0,08	270	(MARKUSHEV <i>et al.</i> , 2018b)
Al-6,3Zn-2,4Mg-2,3Cu (Al 7150)	Solubilização a 748 K por 45 min	<i>HPT</i> : 4 GPa, <i>RT</i> , 1 volta	~0,15	213	(GHOSH; GAO; STARINK, 2012b)
		<i>HPT</i> : 6 GPa, <i>RT</i> , 5 voltas	~0,12	227	
Al-6,1Zn-2,8Mg-1,0Cu (Al 7075)	Solubilização a 748 K por 1 h	<i>HPT</i> : 5 GPa, <i>RT</i> , 10 voltas	~0,07	228	(STOLYAROV <i>et al.</i> , 1997b)
		<i>HPT</i> : 5 GPa, <i>RT</i> , 10 voltas	~0,07	285 <sup>b</sup>	
Al-6,0Zn-2,5Mg-1,8Cu (Al 7475)	Solubilização a 748 K	<i>HPT</i> : 5 GPa, <i>RT</i> , 10 voltas	~0,09	267	(SITDIKOV <i>et al.</i> , 2012)
Al-5,9Zn-2,5Mg-1,4Cu (Al 7075)	Homogeneização a 753 K por 5 h	<i>HPT</i> : 6 GPa, <i>RT</i> , 10 voltas <sup>a</sup>	~0,16	280	(ZHANG <i>et al.</i> , 2019b)
		<i>HPT</i> : 6 GPa, 473 K, 10 voltas <sup>a</sup>	~0,26	197	
Al-5,6Zn-2,5Mg-1,6Cu (Al 7075)	T6 <sup>c</sup> + envelhecimento a 553 K por 5 h	<i>HPT</i> : 6 GPa, <i>RT</i> , 5 voltas	~0,12	220	(GARCÍA-INFANTA <i>et al.</i> , 2009b)
Al-5,6Zn-2,5Mg-1,6Cu (Al 7075)	Recozimento a 753 K por 1h	<i>HPT</i> : 6 GPa, <i>RT</i> , 5 voltas	~0,25	221	(SABBAGHIANRAD; KAWASAKI; LANGDON, 2012b)
Al-5,6Zn-2,5Mg-1,6Cu (Al 7075)	Recozimento a 753 K por 1h	<i>ECAP</i> : $\phi = 110^\circ$ , 473 K, 4 passes, rota B <sub>c</sub> + <i>HPT</i> : 6 GPa, <i>RT</i> , 20 voltas	~0,31	246	(SABBAGHIANRAD; LANGDON, 2014b)
Al-5,6Zn-2,5Mg-1,6Cu (Al 7075)	Recozimento a 753 K por 1h	<i>ECAP</i> : $\phi = 110^\circ$ , 473 K, 8 passes, rota B <sub>c</sub> + <i>HPT</i> : 6 GPa, <i>RT</i> , 20 voltas	~0,20	265	(SABBAGHIANRAD; LANGDON, 2015b)
Al-8,9Zn-2,6Mg-2,3Cu (Al 7A60)	Recozimento a 693 K por 2h	<i>ECAP</i> : $\phi = 90^\circ$ , 623 K, 4 passes, rota B <sub>c</sub>	~1,0	138 <sup>d</sup>	(XUE <i>et al.</i> , 2019)
		<i>ECAP</i> : $\phi = 90^\circ$ , <i>RT</i> , 3 passes, rota B <sub>c</sub>	~0,30	210	
Al-5,7Zn-2,6Mg-1,5Cu (Al 7075) <sup>e</sup>	Solubilização a 743 K por 1 h	<i>ECAP</i> : $\phi = 90^\circ$ , 393 K, 3 passes, rota B <sub>c</sub>	~0,45	228	(SHAERI <i>et al.</i> , 2016)
		<i>ECAP</i> : $\phi = 90^\circ$ , 423 K, 4 passes, rota B <sub>c</sub>	~0,70	197	

				<i>ECAP</i> : $\phi = 90^\circ$ , 453 K, 4 passes, rota $B_c$	$\sim 1,0$	171	
Al-5,7Zn-1,9Mg-0,35Cu	Solubilização por 0,5 h	a	743	<i>ECAP</i> : $\phi = 90^\circ$ , 473 K, 4 passes, rota $B_c$	$\sim 0,30$	$\sim 116$	(GUBICZA <i>et al.</i> , 2007)
				<i>ECAP</i> : $\phi = 90^\circ$ , 473 K, 4 passes, rota $B_c$ + envelhecimento a <i>RT</i> por 7 dias	$\sim 0,30$	$\sim 158$	
Al-5,7Zn-2,4Mg-1,8Cu (Al 7010)	Solubilização por 3 h	a	743	<i>ECAP</i> : $\phi = 90^\circ$ , <i>RT</i> , 1 passe	$\sim 0,15$	200	(EL-DANAF, 2011)
Al-5,6Zn-2,5Mg-1,6Cu (Al 7075)	Solubilização por 5 h	a	753	<i>ECAP</i> : $\phi = 90^\circ$ , <i>RT</i> , 2 passes, rota $B_c$	$\sim 0,25$	201	(ZHAO <i>et al.</i> , 2004b)
				<i>ECAP</i> : $\phi = 90^\circ$ , <i>RT</i> , 2 passes, rota $B_c^f$	$\sim 0,21$	195	
Al-5,9Zn-2,3Mg-1,4Cu (Al 7075)	Solubilização por 6 h	a	753	<i>FSP</i> : 720 rpm, IPC <sup>g</sup> , 65 mm min <sup>-1</sup>	$\sim 2,4$	157	(KUMAR <i>et al.</i> , 2018)
				<i>FSP</i> : 720 rpm, NAC <sup>h</sup> , 65 mm min <sup>-1</sup>	$\sim 4,7$	131	
Al-5,9Zn-2,3Mg-1,4Cu (Al 7075)	T651 <sup>i</sup>			<i>FSP</i> : 720 rpm, 85 mm min <sup>-1</sup>	$\sim 3,2$	138	(KUMAR <i>et al.</i> , 2017b)
Al-5,7Zn-2,5Mg-1,6Cu (Al 7075)	T651 <sup>i</sup>			<i>FSP</i> : 1070 rpm, 50 mm min <sup>-1</sup>	$\sim 3,8$	123	(PATEL; BADHEKA; KUMAR, 2016)
Al-5,4Zn-2,3Mg-1,6Cu (Al 7075)	T6 <sup>c</sup>			<i>FSP</i> : 500 rpm, 100 mm min <sup>-1</sup>	$\sim 6,1$	103	(HARATI <i>et al.</i> , 2019)
Al 7075	T6 <sup>c</sup>			<i>FSP</i> : 1500 rpm, 2000 mm min <sup>-1</sup>	$\sim 1,6$	169	(ZHANG <i>et al.</i> , 2018)

<sup>a</sup>diâmetro do disco de 20 mm.

<sup>b</sup>As medidas de dureza foram realizadas na liga processada por *HPT* após envelhecimento natural em temperatura ambiente por 20 dias.

<sup>c</sup>O tratamento T6 refere-se ao aquecimento a 753-778 K durante 10 min + têmpera em água + envelhecimento a 423 K durante 16-24 h.

<sup>d</sup>Estimado usando a dureza Vickers [MPa]  $\approx 3 \times$  Tensão de escoamento [MPa].

<sup>e</sup>Uma contrapressão de 180 MPa foi utilizada durante o processamento por *ECAP*.

<sup>f</sup>O tarugo processado por *ECAP* foi aquecido até  $\sim 413$  K usando uma taxa de aquecimento de 5 K min<sup>-1</sup>.

<sup>g</sup>IPC: Sistema de resfriamento criogênico.

<sup>h</sup>NAC: Refrigeração a ar normal.

<sup>i</sup>Após o tratamento térmico T6, o material é deformado até deformações nominais de 1-3%.

Uma análise dos resultados apresentados na Tabela 5.2 demonstra que, em geral, estruturas de grãos mais finos e maiores valores de dureza são alcançados em ligas de Al-Zn-Mg-Cu processadas usando *HPT*, seguidas de *ECAP* e *FSP*, respectivamente. Após processamento por *FSP*, essas ligas exibem tamanhos de grãos de  $\sim 1,6$  a  $6,1$   $\mu\text{m}$  e isso independe das condições de processamento. Essa é uma consequência direta do aumento significativo da temperatura das amostras de Al durante o *FSP*, que pode exibir incrementos de temperatura da ordem de  $\sim 700$  K [22]. Vale a pena notar também que as tentativas de incorporar um sistema de resfriamento criogênico [22] no aparelho *FSP* e a aplicação de uma velocidade transversal de  $\sim 2000$  mm min<sup>-1</sup> [26] geraram com sucesso estruturas de grãos mais finas, embora os tamanhos de grãos permanecessem dentro da faixa de micrômetros.

Também pode ser mostrado na Tabela 5.2 que há relatos de granulometria entre  $\sim 0,15$  a  $\sim 1$   $\mu\text{m}$  e valores de dureza entre  $\sim 116$ -228 Hv para ligas de Al-Zn-Mg-Cu processadas por *ECAP*. Essa ampla gama de tamanhos de grãos é uma consequência da variedade de condições de processamento e, especialmente, das diferentes temperaturas de processamento homólogas. Segue-se desses conjuntos de dados que temperaturas mais baixas levam, consistentemente, à

formação de estruturas de grãos mais finas, mas não necessariamente a valores mais altos de dureza porque mecanismos adicionais, como o endurecimento por precipitação, contribuem para as maiores resistências observadas nos metais processados por *ECAP*.

O processamento por *HPT* quebra a barreira para a obtenção de grãos nanométricos em ligas de Al-Zn-Mg-Cu porque as tensões de compressão hidrostática associadas a essa técnica tornam possível atingir altas deformações durante o processamento em temperatura ambiente sem introduzir qualquer fratura no material. Os valores médios de dureza relatados na Tabela 5.2 após processamento por *HPT* varia entre ~197 Hv para uma liga de Al 7075 processada a 473 K [31] a ~285 Hv após o processamento em temperatura ambiente e permitindo o envelhecimento natural por 20 dias [34], no qual este último valor é semelhante à dureza de ~289 Hv observada para a liga Al após o processamento por 100 voltas no presente estudo. Os tamanhos de grãos do processamento por *HPT* variam na Tabela 5.2 de ~0,31  $\mu\text{m}$  em uma liga Al-5,6Zn-2,5Mg-1,6Cu [14] a ~0,04  $\mu\text{m}$  em uma liga Al-9,4Zn-2,5Mg-2,5Cu [27], na qual ambos os materiais foram processados por uma combinação de *ECAP* e *HPT*.

Está estabelecido na literatura que o endurecimento por contornos de grãos a baixas temperaturas homólogas pode ser expresso em termos da relação Hall-Petch [78,79] pela qual a dureza Vickers,  $H$ , e o tamanho do grão,  $d$ , são dados pela Equação 5.1:

$$H = H_0 + kd^{-1/2} \quad \text{Equação 5.1}$$

em que  $k$  e  $H_0$  são constantes do material. A fim de avaliar a importância desse mecanismo de endurecimento na resistência mecânica das ligas Al-Zn-Mg-Cu processadas por *SPD*, a microdureza Vickers é plotada na Figura 5.11 em função de  $d^{1/2}$  para a liga Al 7050 processada por 1, 30 e 100 voltas de *HPT* no presente estudo e, além disso, existem pontos de dados de ligas de Al processadas por *SPD* com composições semelhantes.

A partir da Figura 5.11, há uma tendência geral de aumento da dureza Vickers com uma redução no tamanho do grão. Os pontos de dados experimentais encontram-se muito próximos de uma única linha para ligas de Al-Zn-Mg-Cu quando os tamanhos de grãos estão acima de ~1  $\mu\text{m}$ , coloridos em vermelho para destacar que o processamento foi realizado em altas temperaturas e correspondem a ligas de Al com teores de Zn dentro do intervalo de 5,4-5,7% processadas por *FSP* ou *ECAP* a temperaturas elevadas. No entanto, deve-se ter especial cuidado para analisar as tendências apresentadas na Figura 5.11, pois os mecanismos adicionais de endurecimento, como o endurecimento por precipitação e a quantidade de discordâncias podem atuar, simultaneamente, com o endurecimento por contornos de grãos.

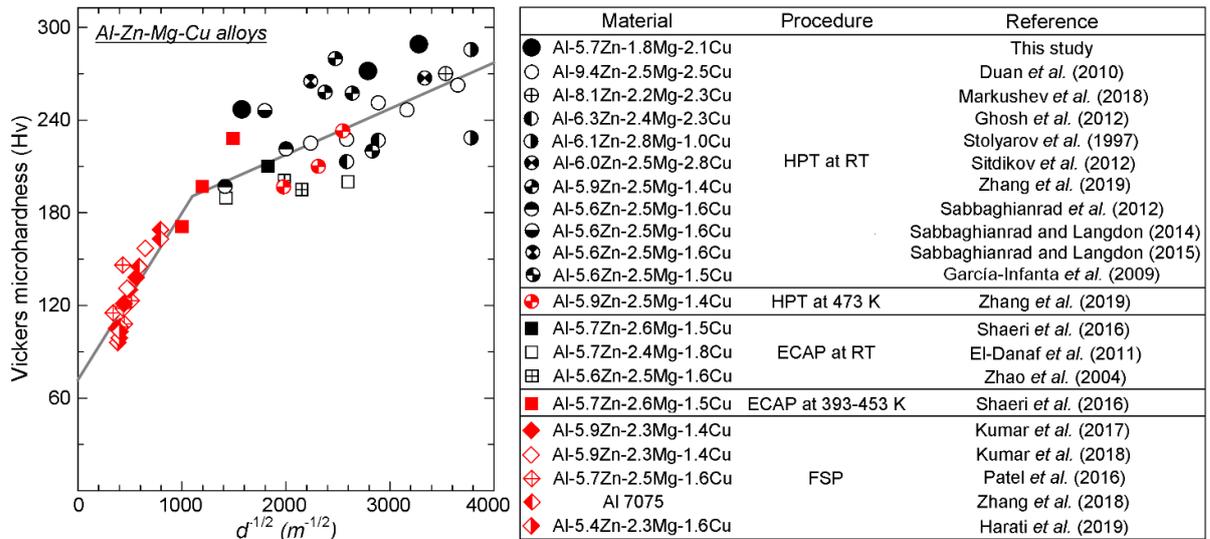


Figura 5.11: Gráfico de microdureza Vickers em função de  $d^{-1/2}$  para a liga Al 7050 processada por 1, 30 e 100 rotações de *HPT* na temperatura ambiente: pontos de dados adicionais são incluídos para ligas semelhantes de Al-Zn-Mg-Cu processadas por *HPT* [14,15,27-34], *ECAP* [12,13,36] e *FSP* [22-26].

Foi demonstrado para uma liga de Al-5,7Zn-2,6Mg-1,5Cu processada por *ECAP* em diferentes temperaturas que um aumento na temperatura de processamento leva à formação de precipitados maiores, estruturas de grãos maiores e uma menor densidade de discordâncias [36]. Além disso, tamanhos de grãos e precipitados ainda maiores foram relatados para ligas de Al processadas por *FSP* mostrando temperaturas de pico mais altas [22,26]. Assim, a maior inclinação na primeira região da Figura 5.11 não reflete uma contribuição mais prevalente do endurecimento por contornos de grãos para essa faixa de tamanhos de grãos, mas aparece como uma consequência direta das maiores densidades de discordâncias e dos tamanhos de precipitados mais finos que decorrem das condições de processamento, que geram tamanhos de grãos mais finos.

Embora o aumento da resistência se mantenha com a diminuição do tamanho dos grãos, os pontos de dados das ligas de Al com  $d < 1 \mu\text{m}$  estão mais dispersos e exibem uma menor inclinação. Foi demonstrado recentemente que o endurecimento por contornos de grãos em metais *UFG* é, geralmente, consistente com o mecanismo teórico desenvolvido para explicar o deslizamento de contornos de grãos (*GBS*) [80]. Esse mecanismo prevê uma relação quase linear entre a resistência e o inverso da raiz quadrada do tamanho do grão para metais de alta temperatura de fusão em concordância com a relação Hall-Petch mostrada na Equação 5.1. O mecanismo também prevê uma diminuição na inclinação na relação para pequenos tamanhos de grãos e isso se torna mais significativo em metais com temperatura de fusão moderada ou baixa, como o alumínio. Assim, a

menor inclinação na faixa de grãos ultrafinos na Figura 5.11 vai ao encontro, pelo menos qualitativamente, com as previsões do mecanismo de *GBS*.

As estruturas de *UFG* foram obtidas, principalmente, por processamento por *ECAP* e *HPT* em temperatura ambiente e os pontos de dados correspondentes são coloridos de preto na Figura 5.11. É evidente que as ligas de Al com maiores quantidades de Zn atingem tamanhos de grãos mais finos após o processamento por *HPT*. A inspeção cuidadosa dos dados revela também que os valores de dureza obtidos em estudos individuais através da aplicação de diferentes níveis de deformação tendem a aumentar com o aumento de  $d^{-1/2}$ . No entanto, microestruturas de Al com tamanhos de grãos semelhantes podem, por vezes, apresentar diferentes níveis de endurecimento devido à ação de mecanismos de endurecimento adicionais.

É interessante notar que uma liga de Al-6,1Zn-2,8Mg-1,0Cu solubilizada exibiu grãos com um tamanho médio de  $\sim 0,70 \mu\text{m}$ , imediatamente, após 10 voltas de *HPT* e atingiu uma dureza de  $\sim 228 \text{ Hv}$  [34]. Após envelhecimento natural por 20 dias, a dureza aumentou para  $\sim 285 \text{ Hv}$  e a única grande mudança na microestrutura foi um aumento na fração de precipitados de  $\text{MgZn}_2$ . Partículas nanométricas de  $\text{MgZn}_2$  também foram identificadas em uma liga de Al-5,9Zn-2,5Mg-1,4Cu processada na temperatura ambiente, mas o mesmo metal processado por *HPT* a 473 K alcançou uma dureza menor e exibiu precipitados mais grosseiros [31,50]. As fases  $\text{MgZn}_2$  não foram detectadas nas ligas Al-5,7Zn-2,6Mg-1,5Cu e Al-5,6Zn-2,5Mg-1,6Cu após *ECAP* à temperatura ambiente [12,36], nas quais foram atingidos valores de dureza abaixo da linha de tendência da Figura 5.11.

Com base nessa análise, conclui-se que a principal razão para a grande dispersão dos dados apontado na Figura 5.11 pode ser atribuído, diretamente, ao papel significativo desempenhado pelo endurecimento por precipitação na resistência mecânica desses metais. Ressalta-se que os dados correspondentes à liga Al 7050 processada neste estudo pertencem à parte superior da Figura 5.11 embora apenas alguns precipitados de  $\text{MgZn}_2$  fossem visíveis após *HPT* e os intermetálicos fragmentados fossem grandes demais para contribuir na resistência geral do material. Assim, a elevada dureza alcançada nos presentes experimentos é devida a um efeito combinado do endurecimento por contornos de grão e por aumento da densidade de discordâncias para a liga processada por 1 e 30 rotações. Além disso, esse efeito pode ser incrementado pelo efeito de arrasto de soluto decorrente da presença de segregação nos contornos de grãos no material submetido a 100 voltas de *HPT*, como também documentado para outras ligas de Al com adições de Cu e Mg [81,82].

#### 5.1.4.2 O desenvolvimento do endurecimento em dois estágios na liga Al-Zn-Mg-Cu processada por *HPT*

Resta claro, a partir deste estudo, que o processamento de uma liga Al-Zn-Mg-Cu, por meio de um expressivo número de revoluções por *HPT*, promove o desenvolvimento de uma nova microestrutura de equilíbrio exibindo uma matriz uniforme de grãos nanoestruturados com uma alta razão de aspecto. Essa evolução microestrutural também se relaciona com aumento incomum nos valores de dureza, como é aparente após um maior número de voltas de *HPT* na Figura 5.2.

Para melhor compreender a relação entre a resistência do material e a quantidade de deformação plástica imposta, os valores médios da microdureza Vickers registrados na mesma posição radial,  $R$ , para um determinado número de voltas,  $N$ , foram plotados na Figura 5.12 em relação às deformações equivalentes calculadas,  $\varepsilon_{eq}$ , impostas nos discos durante o processamento por *HPT*. Uma espessura representativa razoável,  $h$ , de 0,70 mm foi considerada nos cálculos utilizando a Equação 5.2 [83]:

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2\pi RN}{\sqrt{3}h} \quad \text{Equação 5.2}$$

Pontos de dados adicionais também foram incluídos na Figura 5.12 para ligas de alumínio similares processadas por *HPT* [27–29,31–33].

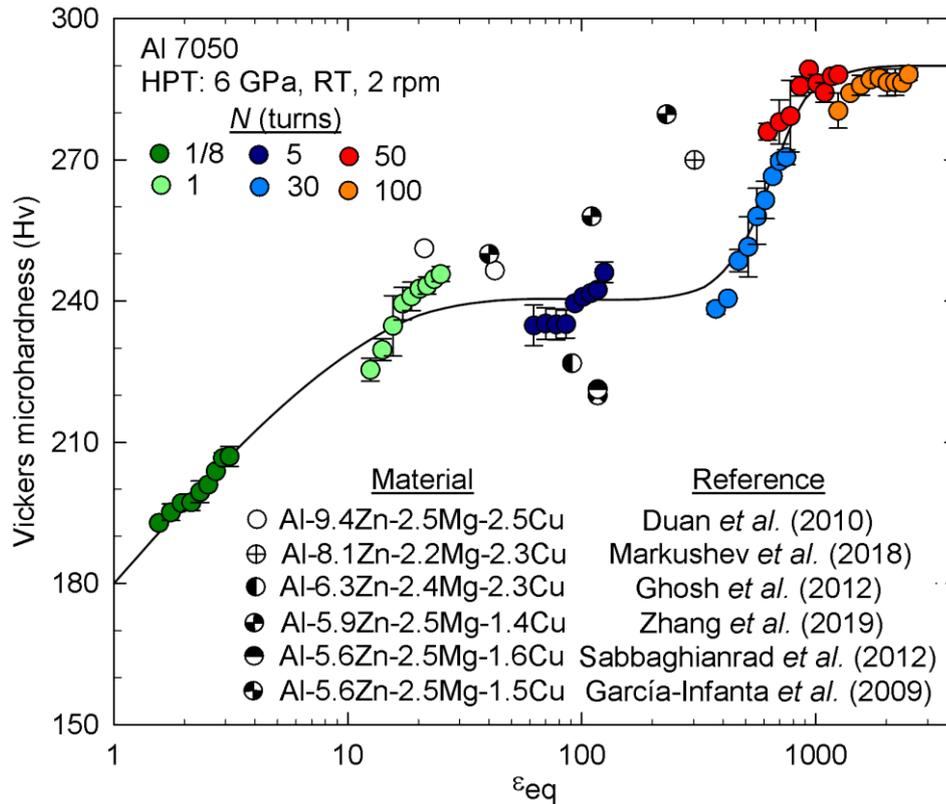


Figura 5.12: Gráfico de microdureza Vickers em função de deformação equivalente,  $\epsilon_{eq}$ , para discos da liga Al 7050 submetidos a até 100 voltas de HPT: pontos de dados adicionais são incluídos para ligas de alumínio similares processadas por HPT [27–29,31–33].

Decorre da análise da Figura 5.12 que há um aumento acentuado da dureza Vickers com o aumento da deformação até  $\epsilon_{eq} \approx 30$  para as ligas de Al-Zn-Mg-Cu processadas por HPT. Durante esse período, a deformação plástica leva ao aumento acentuado na densidade de discordâncias e a microestrutura grosseira do material é, gradualmente, fragmentada por meio da formação de células e subgrãos. No final do primeiro estágio de endurecimento, a microdureza atinge um platô que é uma condição de saturação aparente e, em seguida, permanece, aproximadamente, constante até  $\epsilon_{eq} \approx 300$ . Os valores de dureza alcançados ao longo dessa faixa de deformação são, razoavelmente, consistentes com os valores relatados em vários estudos anteriores, apesar das diferenças nas composições das ligas de alumínio e nas variações dos parâmetros de processamento de HPT, incluindo as velocidades de rotação e os tamanhos das amostras [27–29,31–33]. O comportamento de endurecimento observado para a liga Al 7050 até essa fase do HPT corresponde ao modelo de endurecimento convencional, denominado endurecimento sem recuperação [60], visto estar compatível com os dados registados para muitos metais processados por diferentes técnicas de SPD [61].

A densidade de discordâncias permanece essencialmente, constante nos níveis de deformação correspondentes a esse primeiro platô. Além disso, a microestrutura da liga Al-Zn-Mg-Cu consiste em grãos com tamanhos na faixa de submicrômetros com razão de aspecto de  $\sim 4$ . Nessa fase, o tamanho do grão é mantido, razoavelmente, constante através de processos dinâmicos de restauração envolvendo o movimento dos contornos de grãos para diminuir a energia livre de Gibbs do sistema. Em altas temperaturas, o mecanismo de restauração envolve recristalização dinâmica e é controlado por difusão [84]. No entanto, nas baixas temperaturas homólogas do presente estudo, o processo de restauração é conduzido, mecanicamente, de tal forma que as altas tensões externas e internas durante a deformação provocam uma migração de contornos de grãos induzida por deformação [54,73,85].

Excepcionalmente, observa-se a partir da Figura 5.12 que a dureza Vickers aumenta novamente a uma  $\varepsilon_{eq} \approx 300$  e, finalmente, atinge uma aparente segunda saturação a uma  $\varepsilon_{eq} \geq 1000$ . Esse novo aumento de resistência mecânica é uma consequência direta do desenvolvimento de uma matriz homogênea de grãos altamente alongados com um tamanho médio de área ponderada de  $\sim 93$  nm. Assim, esse comportamento demonstra que é possível alcançar uma curva de endurecimento de dois estágios no processamento por *HPT*, o que adiciona uma complexidade adicional às curvas de endurecimento convencionais de estágio único que são, amplamente, utilizadas e aceitas na literatura atual [60].

Na prática, essa complexa evolução da dureza envolvendo dois platôs de saturação separados e consecutivos é consistente com as observações do comportamento de endurecimento em sistemas de materiais, originalmente, imiscíveis [86] e em pós de Mg-Zn [87] submetidos a torção sob alta pressão. Por exemplo, para o sistema Cu-6%atAg [86] foi formada uma microestrutura ultrafina com aparente saturação no primeiro estágio de endurecimento por *HPT* e uma deformação adicional induziu uma dissolução da fase menor acompanhada de rápido endurecimento, de modo que, finalmente, a microdureza atingiu um segundo platô e o sistema, inicialmente, bifásico tornou-se uma microestrutura nanoestruturada monofásica.

Analogamente, o mesmo fenômeno foi encontrado no sistema Al-Mg em que há um relato de supersaturação extrema de Mg em uma matriz de alumínio após o processamento de discos de uma liga de alumínio de pureza comercial (99,5%) e uma liga de magnésio ZK60 por até 100 voltas de *HPT* [88,89]. Nesse material, o disco processado por *HPT* exibiu uma distribuição uniforme de dureza com um valor médio de  $\sim 360$  Hv e a microestrutura da liga sintetizada Al-Mg exibiu um tamanho médio de grão de  $\sim 40$  nm. A consolidação a frio por meio do processamento por *HPT* também levou a valores de dureza, excepcionalmente, elevados de  $\sim 500$  Hv num sistema híbrido

Al-Cu, mecanicamente, ligado [90] após 60 rotações por *HPT*. Portanto, é evidente que a obtenção de valores de dureza, extremamente, elevados e de estruturas de grãos nanométricas estão diretamente associados ao desenvolvimento de um novo estado metaestável supersaturado em sistemas híbridos através da imposição de deformações muito grandes no processamento por *HPT*.

É interessante notar que um segundo estágio de endurecimento também foi encontrado em uma liga Al-5%Zr, processada por *HPT* a  $\epsilon_{eq} \geq 10000$  [63], que continha partículas grosseiras de  $AlZr_3$  antes do processamento. No entanto, as deformações muito grandes no processamento de *HPT* levaram à acomodação de maiores quantidades de Zr em solução sólida e geraram uma liga de Al-Zr supersaturada com uma dureza, excepcionalmente, alta [63]. Da mesma forma, a liga Al 7050 não deformada no presente estudo exibiu grande número de partículas de segunda fase e essas partículas foram fragmentadas e, principalmente, dissolvidas na matriz Al, após o processamento por *HPT*, até níveis de deformação correspondentes ao segundo platô de endurecimento. Conclui-se, assim, que a ocorrência de um endurecimento de dois estágios em materiais processados por *HPT* depende da natureza da microestrutura antes da deformação, uma vez que o segundo estágio de endurecimento é, aparentemente, desencadeado pela dissolução de precipitados e pela obtenção de uma matriz supersaturada durante a deformação plástica severa.

As imagens de MET na Figura 5.10 revelam que os contornos de grãos da liga Al 7050, processada por 100 revoluções, exibem um contraste escuro, característica da segregação de solutos nos contornos. Assim, alterações nos arranjos dos átomos que levam a estruturas mais compactas nas proximidades dos contornos de grãos reduzem suas energias interfaciais intrínsecas diminuindo a taxa de migração dos *HAGBs*. Isso explica a redução do tamanho do grão saturado e as altas razões de aspecto observadas no estágio final de deformação nesses experimentos. No entanto, mais estudos serão necessários para identificar a natureza precisa e as quantidades totais dos elementos segregados nos contornos de grãos.

Em conclusão, portanto, os fenômenos incomuns de endurecimento em dois estágios, desenvolvidos na presente pesquisa e ilustrados na Figura 5.12, mostram um novo tipo de comportamento que contrasta com o endurecimento convencional de estágio único relatado em outras ligas [60]. Esse novo resultado pode ser ilustrado, esquematicamente, na Figura 5.13 que descreve a variação da dureza com a deformação equivalente e com as microestruturas típicas em uma liga de Al-Zn-Mg-Cu no estado não deformado e após processamento por *HPT* até deformações nas regiões do primeiro e segundo platôs. Resta claro, a partir da Figura 5.13, que a liga, inicialmente, exibe grãos grosseiros e uma distribuição profusa de partículas de segunda fase

finamente dispersas, mas no final do primeiro estágio de endurecimento o material exibe uma matriz homogênea de grãos, ligeiramente, alongados com a presença de poucos precipitados. A deformação adicional, em última análise, aumenta a dureza, levando a uma segunda condição de saturação aparente. Esse comportamento está associado ao desenvolvimento de microestruturas mais finas, com grãos com alta razão de aspecto e com evidências de alguma segregação de solutos nos contornos dos grãos.

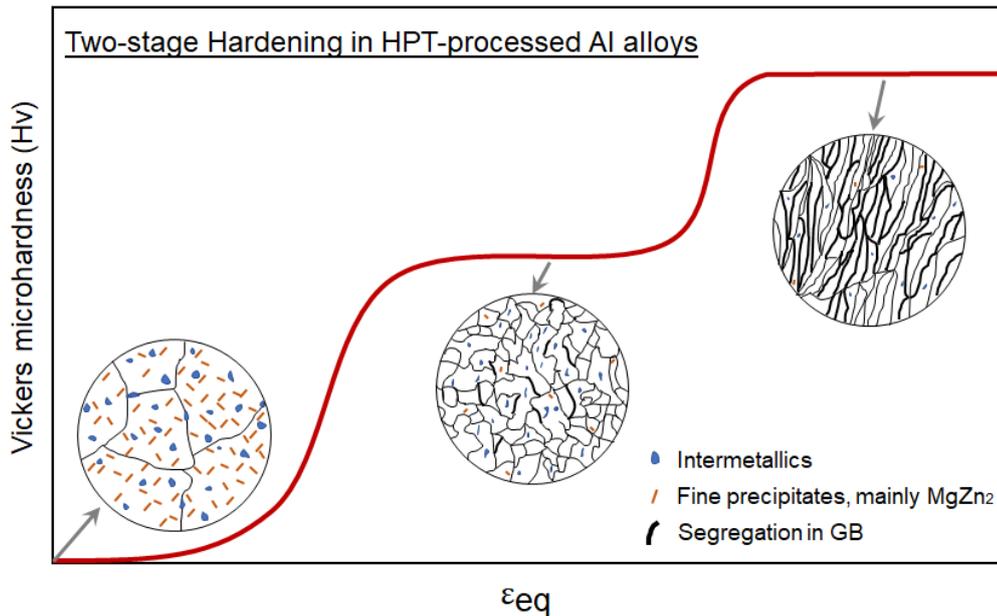


Figura 5.13: Ilustração esquemática do endurecimento em dois estágios e microestruturas típicas desenvolvidas em ligas de Al-Zn-Mg-Cu processadas por *HPT* na temperatura ambiente.

#### 5.1.5 RESUMO E CONCLUSÕES

- 1- Uma liga de Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu com dispersão de partículas de segunda fase na matriz, um tamanho médio de grão de  $\sim 20 \mu\text{m}$  e uma densidade de discordâncias de  $\sim 3.1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ , foi processada por *HPT* na temperatura ambiente para produzir um tamanho de grão de  $\sim 93 \text{ nm}$  após 100 revoluções.
- 2- A dureza e a evolução microestrutural da liga apresentam dois estágios de endurecimento distintos. Primeiro, para deformações equivalentes,  $\epsilon_{eq}$ , de até  $\sim 30$ , há um rápido aumento na microdureza e na densidade de discordâncias que atingem valores máximos de  $\sim 240 \text{ Hv}$  e  $\sim 5,8 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ , respectivamente. Nessa etapa, o endurecimento é atribuído ao acúmulo de discordâncias e seu rearranjo em subgrãos finos.
- 3- No final do primeiro estágio de endurecimento, o escoamento plástico atinge uma condição de saturação aparente em que tanto a microdureza quanto a densidade de discordâncias permanecem inalteradas para deformações que variam de  $\sim 30$  a 300. O

material processado por 30 voltas de *HPT* exibe uma matriz uniforme de grãos com uma razão de aspecto de  $\sim 4$  e um tamanho médio de grãos de  $\sim 140$  nm.

- 4- Deformações adicionais até 100 revoluções levam ao início de um novo estágio de endurecimento, de modo que a liga processada por *HPT* atinja um segundo platô de dureza para  $\varepsilon_{eq} \geq 1000$  exibindo uma dureza máxima de  $\sim 290$  Hv. Esse aumento acentuado na dureza é compatível com o endurecimento previsto por meio da relação Hall-Petch e ocorre devido ao desenvolvimento de uma matriz homogênea de grãos altamente alongados com alguma segregação de solutos nos contornos de grãos.

### 5.1.6 AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Centro de Microscopia da UFMG pelo suporte técnico durante as análises de microscopia eletrônica. Os autores também agradecem ao LCE-UFSCar (Laboratório de Caracterização Estrutural - UFSCar) pelo apoio nas análises de MET. Essa pesquisa foi, parcialmente, apoiada pelo CNPq sob o auxílio nº 443736/2018-9 e a FAPEMIG sob o auxílio APQ-01342-21. O trabalho de um de nós foi apoiado pelo Conselho Europeu de Investigação ao abrigo do Acordo de Subvenção ERC n.º 267464-SPDMETALS (TGL).

### 5.1.7 REFERÊNCIAS

- [1] E.M. Mazzer, C.R.M. Afonso, C. Bolfarini, C.S. Kiminami, Microstructure study of Al 7050 alloy reprocessed by spray forming and hot-extrusion and aged at 121°C, *Intermetallics*. 43 (2013) 182–187. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2013.08.004>.
- [2] A. Azarniya, A.K. Taheri, K.K. Taheri, Recent advances in ageing of 7xxx series aluminum alloys: A physical metallurgy perspective, *J Alloys Compd.* 781 (2019) 945–983. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.11.286>.
- [3] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Prog Mater Sci.* 45 (2000) 103–189. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9).
- [4] T.G. Langdon, Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement, *Acta Mater.* 61 (2013) 7035–7059. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.08.018>.
- [5] R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement, *Prog Mater Sci.* 51 (2006) 881–981. <https://doi.org/10.1016/j.PMATSCI.2006.02.003>.

- [6] A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon, Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications, *Prog Mater Sci.* 53 (2008) 893–979. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002>.
- [7] K. Edalati, Z. Horita, A review on high-pressure torsion (HPT) from 1935 to 1988, *Materials Science and Engineering A.* 652 (2016) 325–352. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.074>.
- [8] P.H.R. Pereira, R.B. Figueiredo, Finite element modelling of high-pressure torsion: An overview, *Mater Trans.* 60 (2019) 1139–1150. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MF201906>.
- [9] A.P. Zhilyaev, B.K. Kim, G.V. Nurislamova, M.D. Baró, J.A. Szpunar, T.G. Langdon, Orientation imaging microscopy of ultrafine-grained nickel, *Scr Mater.* 46 (2002) 575–580. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(02\)00018-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(02)00018-0).
- [10] A.P. Zhilyaev, G.V. Nurislamova, B.K. Kim, M.D. Baró, J.A. Szpunar, T.G. Langdon, Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion, *Acta Mater.* 51 (2003) 753–765. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00466-4](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00466-4).
- [11] J. Wongsan-Ngam, M. Kawasaki, T.G. Langdon, A comparison of microstructures and mechanical properties in a Cu-Zr alloy processed using different SPD techniques, *J Mater Sci.* 48 (2013) 4653–4660. <https://doi.org/10.1007/S10853-012-7072-0/FIGURES/5>.
- [12] Y.H. Zhao, X.Z. Liao, Z. Jin, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu, Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing, *Acta Mater.* 52 (2004) 4589–4599. <https://doi.org/10.1016/J.ACTAMAT.2004.06.017>.
- [13] E.A. El-Danaf, Mechanical properties, microstructure and texture of single pass equal channel angular pressed 1050, 5083, 6082 and 7010 aluminum alloys with different dies, *Mater Des.* 32 (2011) 3838–3853. <https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2011.03.006>.
- [14] S. Sabbaghianrad, T.G. Langdon, A critical evaluation of the processing of an aluminum 7075 alloy using a combination of ECAP and HPT, *Materials Science and Engineering A.* 596 (2014) 52–59. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.12.034>.
- [15] S. Sabbaghianrad, T.G. Langdon, An evaluation of the saturation hardness in an ultrafine-grained aluminum 7075 alloy processed using different techniques, *J Mater Sci.* 50 (2015) 4357–5365. <https://doi.org/10.1007/s10853-015-8989-x>.
- [16] J. Gubicza, I. Schiller, N.Q. Chinh, J. Illy, Z. Horita, T.G. Langdon, The effect of severe plastic deformation on precipitation in supersaturated Al-Zn-Mg alloys, *Materials Science and Engineering: A.* 460–461 (2007) 77–85. <https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2007.01.001>.
- [17] M.A. Afifi, P.H.R. Pereira, Y.C. Wang, Y. Wang, S. Li, T.G. Langdon, Effect of ECAP processing on microstructure evolution and dynamic compressive behavior at different temperatures in an Al-Zn-Mg alloy, *Materials Science and Engineering A.* 684 (2017) 617–625. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.12.099>.

- [18] M.A. Afifi, Y.C. Wang, P.H.R. Pereira, Y. Wang, S. Li, Y. Huang, T.G. Langdon, Characterization of precipitates in an Al-Zn-Mg alloy processed by ECAP and subsequent annealing, *Materials Science and Engineering A*. 712 (2018) 146–156. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.091>.
- [19] M.A. Afifi, Y.C. Wang, P.H.R. Pereira, Y. Huang, Y. Wang, X. Cheng, S. Li, T.G. Langdon, Mechanical properties of an Al-Zn-Mg alloy processed by ECAP and heat treatments, *J Alloys Compd.* 769 (2018) 631–639. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.07.343>.
- [20] M.A. Afifi, Y.C. Wang, P.H.R. Pereira, Y. Huang, Y. Wang, X. Cheng, S. Li, T.G. Langdon, Effect of heat treatments on the microstructures and tensile properties of an ultrafine-grained Al-Zn-Mg alloy processed by ECAP, *J Alloys Compd.* 749 (2018) 567–574. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.03.206>.
- [21] K.-M. Xue, B.-X.-T. Wang, S.-L. Yan, D.-Q. Bo, P. Li, Strain-Induced Dissolution and Precipitation of Secondary Phases and Synergetic Strengthening Mechanisms of Al-Zn-Mg-Cu Alloy during ECAP, *Adv Eng Mater.* 21 (2019) 1801182. <https://doi.org/10.1002/adem.201801182>.
- [22] A. Kumar, A.K. Godasu, K. Pal, S. Mula, Effects of in-process cryocooling on metallurgical and mechanical properties of friction stir processed Al7075 alloy, *Mater Charact.* 144 (2018) 440–447. <https://doi.org/10.1016/j.MATCHAR.2018.08.001>.
- [23] A. Kumar, S.K. Sharma, K. Pal, S. Mula, Effect of Process Parameters on Microstructural Evolution, Mechanical Properties and Corrosion Behavior of Friction Stir Processed Al 7075 Alloy, *J Mater Eng Perform.* 26 (2017) 1122–1134. <https://doi.org/10.1007/s11665-017-2572-3>.
- [24] V.V. Patel, V. Badheka, A. Kumar, Influence of Friction Stir Processed Parameters on Superplasticity of Al-Zn-Mg-Cu Alloy, *Materials and Manufacturing Processes.* 31 (2016) 1573–1582. <https://doi.org/10.1080/10426914.2015.1103868>.
- [25] F. Harati, M. Shamanian, M. Atapour, S. Hasani, J.A. Szpunar, The effect of microstructure and texture evolution on the hardness properties of the cold rolled AA7075-T6 aluminum alloy during the friction stir processing, *Mater Res Express.* 6 (2019) 046559. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aafe48>.
- [26] J. Zhang, P. Upadhyay, Y. Hovanski, D.P. Field, High-Speed Friction Stir Welding of AA7075-T6 Sheet: Microstructure, Mechanical Properties, Micro-texture, and Thermal History, *Metallurgical and Materials Transactions A.* 49A (2018) 210–222. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4411-4>.
- [27] Z.C. Duan, X.Z. Liao, M. Kawasaki, R.B. Figueiredo, T.G. Langdon, Influence of high-pressure torsion on microstructural evolution in an Al-Zn-Mg-Cu alloy, *J Mater Sci.* 45 (2010) 4621–4630. <https://doi.org/10.1007/s10853-010-4400-0>.
- [28] M. V Markushev, E. V Avtokratova, S. V Krymskiy, O.Sh. Sitdikov, Effect of precipitates on nanostructuring and strengthening of high-strength aluminum alloys under high pressure torsion, *J Alloys Compd.* 743 (2018) 773–779. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.047>.

- [29] K.S. Ghosh, N. Gao, M.J. Starink, Characterisation of high pressure torsion processed 7150 Al-Zn-Mg-Cu alloy, *Materials Science and Engineering A*. 552 (2012) 164-171. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.026>.
- [30] O. Sitdikov, S. Krymskiy, M. Markushev, E. Avtokratova, T. Sakai, Effect of heat treatment on nanostructuring in high-strength aluminum alloy by severe plastic deformation, *Reviews on Advanced Materials Science*. 31 (2012) 62-67.
- [31] Y. Zhang, S. Jin, P. Trimby, X. Liao, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, G. Sha, Strengthening mechanisms in an ultrafine-grained Al-Zn-Mg-Cu alloy processed by high pressure torsion at different temperatures, *Materials Science and Engineering: A*. 752 (2019) 223-232. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.094>.
- [32] J.M. García-Infanta, A.P. Zhilyaev, A. Sharafutdinov, O.A. Ruano, F. Carreño, An evidence of high strain rate superplasticity at intermediate homologous temperatures in an Al-Zn-Mg-Cu alloy processed by high-pressure torsion, *J Alloys Compd*. 473 (2009) 163-166. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.06.006>.
- [33] S. Sabbaghianrad, M. Kawasaki, T.G. Langdon, Microstructural evolution and the mechanical properties of an aluminum alloy processed by high-pressure torsion, *J Mater Sci*. 47 (2012) 7789-7795. <https://doi.org/10.1007/s10853-012-6524-x>.
- [34] V.V. Stolyarov, V.V. Latysh, V.A. Shundalov, D.A. Salimonenko, R.K. Islamgaliev, R.Z. Valiev, Influence of severe plastic deformation on aging effect of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy, *Materials Science and Engineering: A*. 234-236 (1997) 339-342. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00210-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00210-4).
- [35] F.R. Milhorato, R.B. Figueiredo, T.G. Langdon, E.M. Mazzer, Development of an Al 7050-10 vol.% alumina nanocomposite through cold consolidation of particles by high-pressure torsion, *Journal of Materials Research and Technology*. 9 (2020) 12626-12633. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.09.014>.
- [36] M.H. Shaeri, M. Shaeri, M. Ebrahimi, M.T. Salehi, S.H. Seyyedain, Effect of ECAP temperature on microstructure and mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy, *Progress in Natural Science: Materials International*. 26 (2016) 182-191. <https://doi.org/10.1016/J.PNSC.2016.03.003>.
- [37] K. Xue, B. Wang, S. Yan, D. Bo, P. Li, Strain- Induced Dissolution and Precipitation of Secondary Phases and Synergetic Stengthening Mechanisms of Al-Zn-Mg-Cu Alloy during ECAP, *Adv Eng Mater*. 21 (2019) 1801182. <https://doi.org/10.1002/adem.201801182>.
- [38] K. Edalati, D.J. Lee, T. Nagaoka, M. Arita, H.S. Kim, Z. Horita, R. Pippan, Real Hydrostatic Pressure in High-Pressure Torsion Measured by Bismuth Phase Transformations and FEM Simulations, *Mater Trans*. 57 (2016) 533-538. <https://doi.org/10.2320/matertrans.M2015374>.

- [39] P.H.R. Pereira, R.B. Figueiredo, P.R. Cetlin, T.G. Langdon, An examination of the elastic distortions of anvils in high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering A*. 631 (2015) 201–208. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.02.052>.
- [40] R. Alizadeh, R. Mahmudi, P.H.R. Pereira, Y. Huang, T.G. Langdon, Microstructural evolution and superplasticity in an Mg–Gd–Y–Zr alloy after processing by different SPD techniques, *Materials Science and Engineering A*. 682 (2017) 577–585. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.11.080>.
- [41] K. Edalati, S. Toh, H. Iwaoka, Z. Horita, Microstructural characteristics of tungsten-base nanocomposites produced from micropowders by high-pressure torsion, *Acta Mater.* 60 (2012) 3885–3893. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.02.048>.
- [42] H. Shahmir, F. Naghdi, P.H.R. Pereira, Y. Huang, T.G. Langdon, Factors influencing superplasticity in the Ti-6Al-4V alloy processed by high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering A*. 718 (2018) 198–206. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.091>.
- [43] T.-S. Cho, H.-J. Lee, B. Ahn, M. Kawasaki, T.G. Langdon, Microstructural evolution and mechanical properties in a Zn–Al eutectoid alloy processed by highpressure torsion, *Acta Mater.* 72 (2014) 67–79. <https://doi.org/10.1016/J.ACTAMAT.2014.03.026>.
- [44] R.B. Figueiredo, P.H.R. Pereira, M.T.P. Aguilar, P.R. Cetlin, T.G. Langdon, Using finite element modeling to examine the temperature distribution in quasiconstrained high-pressure torsion, *Acta Mater.* 60 (2012) 3190–3198. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.02.027>.
- [45] P.H.R. Pereira, R.B. Figueiredo, Y. Huang, P.R. Cetlin, T.G. Langdon, Modeling the temperature rise in high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering A*. 593 (2014) 185–188. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.11.015>.
- [46] K. Edalati, Y. Hashiguchi, P.H.R. Pereira, Z. Horita, T.G. Langdon, Effect of temperature rise on microstructural evolution during high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering A*. 714 (2018) 167–171. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.12.095>.
- [47] S. Sabbaghianrad, S.A. Torbati-Sarraf, T.G. Langdon, An investigation of the limits of grain refinement after processing by a combination of severe plastic deformation techniques: A comparison of Al and Mg alloys, *Materials Science and Engineering A*. 712 (2018) 373–379. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.090>.
- [48] X. Sauvage, A. Duchaussoy, G. Zaher, Strain Induced Segregations in Severely Deformed Materials, *Mater Trans.* 60 (2019) 1151–1158. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MF201919>.
- [49] P. V. Liddicoat, X.Z. Liao, Y. Zhao, Y. Zhu, M.Y. Murashkin, E.J. Lavernia, R.Z. Valiev, S.P. Ringer, Nanostructural hierarchy increases the strength of aluminium alloys, *Nat Commun.* 1:63 (2010) 1–7. <https://doi.org/10.1038/ncomms1062>.
- [50] Y. Zhang, S. Jin, P.W. Trimby, X. Liao, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, J. Liu, J.M. Cairney, S.P. Ringer, G. Sha, Dynamic precipitation, segregation and strengthening of an Al-Zn-Mg-Cu alloy (AA7075)

processed by high-pressure torsion, *Acta Mater.* 162 (2019) 19–32. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.09.060>.

[51] G. Sha, K. Tugcu, X.Z. Liao, P.W. Trimby, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, S.P. Ringer, Strength, grain refinement and solute nanostructures of an Al–Mg–Si alloy (AA6060) processed by high-pressure torsion, *Acta Mater.* 63 (2014) 169–179. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.10.022>.

[52] R.Z. Valiev, N.A. Enikeev, M.Y. Murashkin, V.U. Kazykhanov, X. Sauvage, On the origin of the extremely high strength of ultrafine-grained Al alloys produced by severe plastic deformation, *Scr Mater.* 63 (2010) 949–952. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.07.014>.

[53] X. Sauvage, N. Enikeev, R. Valiev, Y. Nasedkina, M. Murashkin, Atomic-scale analysis of the segregation and precipitation mechanisms in a severely deformed Al–Mg alloy, *Acta Mater.* 72 (2014) 125–136. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.03.033>.

[54] R. Pippan, S. Scheriau, A. Taylor, M. Hafok, A. Hohenwarter, A. Bachmaier, Saturation of Fragmentation During Severe Plastic Deformation, *Annu Rev Mater Res.* 40 (2010) 319–343. <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070909-104445>.

[55] A. Bachmaier, M. Hafok, R. Schuster, R. Pippan, Limitations in the refinement by severe plastic deformation: The effect of processing, *Reviews on Advanced Materials Science.* 25 (2010) 16–22.

[56] A. Devaraj, W. Wang, R. Vemuri, L. Kovarik, X. Jiang, M. Bowden, J.R. Trelewicz, S. Mathaudhu, A. Rohatgi, Grain boundary segregation and intermetallic precipitation in coarsening resistant nanocrystalline aluminum alloys, *Acta Mater.* 165 (2019) 698–708. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.09.038>.

[57] J. Hohl, P. Kumar, M. Misra, P. Menezes, L.T. Mushongera, Thermodynamic stabilization of nanocrystalline aluminum, *J Mater Sci.* 56 (2021) 14611–14623. <https://doi.org/10.1007/s10853-021-06224-2>.

[58] S.C. Pun, W. Wang, A. Khalajhedayati, J.D. Schuler, J.R. Trelewicz, T.J. Rupert, Nanocrystalline Al–Mg with extreme strength due to grain boundary doping, *Materials Science and Engineering: A.* 696 (2017) 400–406. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.095>.

[59] R.K. Koju, Y. Mishin, Atomistic study of grain-boundary segregation and grainboundary diffusion in Al–Mg alloys, *Acta Mater.* 201 (2020) 596–603. <https://doi.org/10.1016/j.ACTAMAT.2020.10.029>.

[60] M. Kawasaki, Different models of hardness evolution in ultrafine-grained materials processed by high-pressure torsion, *J Mater Sci.* 49 (2014) 18–34. <https://doi.org/10.1007/s10853-013-7687-9>.

[61] K. Edalati, Z. Horita, Significance of homologous temperature in softening behavior and grain size of pure metals processed by high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering A.* 528 (2011) 7514–7523. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.06.080>.

- [62] K. Edalati, Metallurgical alchemy by ultra-severe plastic deformation via high-pressure torsion process, *Mater Trans.* 60 (2019) 1221–1229. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MF201914>.
- [63] A. Mohammadi, N.A. Enikeev, M.Yu. Murashkin, M. Aritad, K. Edalati, Developing age-hardenable Al-Zr alloy by ultra-severe plastic deformation: Significance of supersaturation, segregation and precipitation on hardening and electrical conductivity, *Acta Mater.* 203 (2021) 116503. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.116503>.
- [64] E.M. Mazzer, C.R.M. Afonso, M. Galano, C.S. Kiminami, C. Bolfarini, Microstructure evolution and mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy reprocessed by spray-forming and heat treated at peak aged condition, *J Alloys Compd.* 579 (2013) 169–173. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.06.055>.
- [65] R.B. Figueiredo, P.R. Cetlin, T.G. Langdon, Using finite element modeling to examine the flow processes in quasi-constrained high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering A.* 528 (2011) 8198–8204. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.07.040>.
- [66] P.H.R. Pereira, R.B. Figueiredo, P.R. Cetlin, T.G. Langdon, Using finite element modelling to examine the flow process and temperature evolution in HPT under different constraining conditions, *IOP Conf Ser Mater Sci Eng.* 63 (2014) 012041. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/63/1/012041>.
- [67] M. Kawasaki, T.G. Langdon, The significance of strain reversals during processing by high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering A.* 498 (2008) 341–348. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.08.021>.
- [68] F. Bachmann, R. Hielscher, H. Schaeben, Grain detection from 2d and 3d EBSD data-Specification of the MTEX algorithm, *Ultramicroscopy.* 111 (2011) 1720–1733. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.08.002>.
- [69] G. Ribárik, J. Gubicza, T. Ungár, Correlation between strength and microstructure of ball-milled Al-Mg alloys determined by X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering A.* 387-389 (2004) 343–347. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.01.089>.
- [70] C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon, Using ECAP to achieve grain refinement, precipitate fragmentation and high strain rate superplasticity in a spray-cast aluminum alloy, *Acta Mater.* 51 (2003) 6139–6149. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00433-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00433-6).
- [71] C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon, Influence of ECAP on precipitate distributions in a spray-cast aluminum alloy, *Acta Mater.* 53 (2005) 749–758. <https://doi.org/10.1016/J.ACTAMAT.2004.10.026>.
- [72] M. Murayama, Z. Horita, K. Hono, Microstructure of two-phase Al-1.7 at% Cu alloy deformed by equal-channel angular pressing, *Acta Mater.* 49 (2001) 21–29. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00308-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00308-6).

- [73] O. Renk, R. Pippan, Saturation of Grain Refinement during Severe Plastic Deformation of Single Phase Materials: Reconsiderations, Current Status and Open Questions, *Mater.Trans.* 60 (2019) 1270–1282.  
<https://doi.org/10.2320/matertrans.MF201918>.
- [74] O. Renk, P. Ghosh, R. Pippan, Generation of extreme grain aspect ratios in severely deformed tantalum at elevated temperatures, *Scr Mater.* 137 (2017) 60–63.  
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.04.024>.
- [75] J.K. Mackenzie, Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes, *Biometrika.* 45 (1958) 229–240. <https://doi.org/10.2307/2333059>.
- [76] X. Liu, N.T. Nuhfer, A.P. Warren, K.R. Coffey, G.S. Rohrer, K. Barmak, Grain size dependence of the twin length fraction in nanocrystalline Cu thin films via transmission electron microscopy based orientation mapping, *J Mater Res.* 30 (2015) 528–537.  
<https://doi.org/10.1557/jmr.2014.393>.
- [77] G.S. Rohrer, X. Liu, J. Liu, A. Darbal, M.N. Kelly, X. Chen, M.A. Berkson, N.T. Nuhfer, K.R. Coffey, K. Barmak, The grain boundary character distribution of highly twinned nanocrystalline thin film aluminum compared to bulk microcrystalline aluminum, *J Mater Sci.* 52 (2017) 9819–9833.  
<https://doi.org/10.1007/s10853-017-1112-8>
- [78] E.O. Hall, The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results, *Proceedings of the Physical Society. Section B.* 64 (1951) 747–753. <https://doi.org/10.1088/0370-1301/64/9/303>.
- [79] N.J. Petch, The cleavage strength of polycrystals, *J. Iron Steel Inst.* 174 (1953) 25–28.  
<https://doi.org/10.1007/BF01972547>.
- [80] R.B. Figueiredo, T.G. Langdon, Deformation mechanisms in ultrafine-grained metals with an emphasis on the Hall-Petch relationship and strain rate sensitivity, *Journal of Materials Research and Technology.* 14 (2021) 137–159. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.06.016>.
- [81] R.Z. Valiev, Superior Strength in Ultrafine-Grained Materials Produced by SPD Processing, *Mater Trans.* 55 (2013) 13–18. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MA201325>.
- [82] P.H.R. Pereira, Y.C. Wang, Y. Huang, T.G. Langdon, Influence of grain size on the flow properties of an Al-Mg-Sc alloy over seven orders of magnitude of strain rate, *Materials Science and Engineering A.* 685 (2017) 367–376. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.01.020>.
- [83] R.Z. Valiev, Y. V. Ivanisenko, E.F. Rauch, B. Baudalet, Structure and deformation behaviour of Armco iron subjected to severe plastic deformation, *Acta Mater.* 44 (1996) 4705–4712.  
[https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(96\)00156-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(96)00156-5).
- [84] F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Second edition, Pergamon Press, Oxford, 2004. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-044164-1.X5000-2>.

- [85] O. Renk, R. Pippan, Transition from thermally assisted to mechanically driven boundary migration and related apparent activation energies, *Scr Mater.* 154 (2018) 212–215. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.05.052>.
- [86] K.S. Kormout, R. Pippan, A. Bachmaier, Deformation-Induced Supersaturation in Immiscible Material Systems during High-Pressure Torsion, *Adv Eng Mater.* 19 (2017) 1600675. <https://doi.org/10.1002/adem.201600675>.
- [87] M.M. Castro, L.A. Montoro, A. Isaac, M. Kawasaki, R.B. Figueiredo, Mechanical mixing of Mg and Zn using high-pressure torsion, *J Alloys Compd.* 869 (2021) 159302. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.159302>.
- [88] J.K. Han, K.D. Liss, T.G. Langdon, M. Kawasaki, Synthesis of a bulk nanostructured metastable Al alloy with extreme supersaturation of Mg, *Scientific Reports* 9 (2019) 17186. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-53614-3>.
- [89] M. Kawasaki, R.B. Figueiredo, T.G. Langdon, Recent developments in the processing of advanced materials using severe plastic deformation, *Materials Science Forum* 1016 (2021) 3–8. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.1016.3>.
- [90] M. Kawasaki, T.G. Langdon, Hardness development of mechanically-bonded hybrid nanostructured alloys through high-pressure torsion, *Materials Science Forum* 1016 (2021) 177–182. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.1016.177>.

## 5.2 Evidência de amolecimento em uma liga solubilizada de Al-Zn-Mg-Cu após processamento por até 100 voltas de torção sob alta pressão

Igor C. dos Santos<sup>a</sup>, Eric M. Mazzer<sup>b</sup>, Paulo R. Cetlin<sup>c</sup>, Roberto B. Figueiredo<sup>d</sup>, Terence G. Langdon<sup>e</sup>  
e Pedro Henrique R. Pereira<sup>d</sup>

<sup>a</sup>Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas,  
Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte 31270-901, MG, Brazil.

<sup>b</sup>Departamento de Engenharia de Materiais,  
Universidade Federal de São Carlos, São Carlos 13565-905, SP, Brazil.

<sup>c</sup>Departamento de Engenharia Mecânica,  
Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte 31270-901, MG, Brazil.

<sup>d</sup>Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais,  
Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte 31270-901, MG, Brazil.

<sup>e</sup>Grupo de Investigação em Materiais, Departamento de Engenharia Mecânica,  
Universidade de Southampton, Southampton SO17 1BJ, Reino Unido

**Resumo:** Os experimentos foram conduzidos para avaliar o efeito do processamento por meio de torção sob alta pressão (*HPT*) na evolução microestrutural e as características de endurecimento em uma liga Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu solubilizada. Os resultados demonstram que o material exibe uma matriz, razoavelmente, equiaxial de grãos nanoestruturados com um tamanho médio de ~95 nm após 1 volta de *HPT*. Isso ocorre, simultaneamente, com a precipitação dinâmica de partículas nanométricas e aumento na densidade de discordâncias para  $\sim 4 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ , de modo que a liga atinja uma microdureza de ~210 Hv nas bordas do disco. Há evidências de precipitação adicional na liga processada após 30 rotações, que também exibe estruturas de grãos menores e atinge uma dureza máxima de ~240 Hv. Deformações adicionais até 100 voltas levam ao amolecimento da matriz devido à redução na fração numérica de nanoprecipitados e à contribuição mais proeminente de recuperação dinâmica que atua para diminuir a densidade de discordâncias em comparação com a liga processada por 30 voltas de *HPT*.

**Palavras-chave:** Liga de alumínio; Características de endurecimento; Torção sob alta pressão; Saturação microestrutural; Amolecimento.

### 5.2.1 INTRODUÇÃO

O alumínio puro pode ser endurecido por meio da adição de elementos de liga, como o Mg, que reduz a sua energia de falha de empilhamento e atrasa a taxa de recuperação dinâmica [1]. Outros elementos, como Zn e Cu, também podem ser adicionados visando à formação de fases secundárias finas para permitir um aumento adicional de sua resistência mecânica por meio do endurecimento por precipitação [2, 3]. Técnicas de deformação plástica severa (*SPD*) também são aplicadas em ligas de Al para aumentar sua resistência mecânica por meio de um pronunciado refinamento de grãos até a faixa nanométrica, simultaneamente, com um aumento considerável na densidade de discordâncias armazenadas na microestrutura Al [4–6].

Dentre as várias técnicas de *SPD*, a torção sob alta pressão (*HPT*) tem atraído especial atenção nas últimas décadas devido a sua capacidade de alcançar deformações muito grandes à temperatura ambiente e, portanto, refinamento substancial de grãos no material processado [7]. Isso é possível devido à prevenção de fraturas nas amostras por meio da aplicação de elevadas tensões compressivas hidrostáticas, concomitantemente, com o esforço torcional [8–10]. No primeiro estágio do processamento de *HPT* [10–12], um disco é colocado dentro de uma depressão rasa localizada na superfície do cilindro inferior do equipamento de *HPT* e, em seguida, é comprimido até uma dada pressão nominal. Depois, um dos cilindros é rotacionado a velocidade constante para que o material seja deformado, severamente.

Mais recentemente, o processamento de *HPT* tem sido utilizado para promover reações de estado sólido envolvendo a mistura de pós para produzir nanocompósitos [13–17] e a fabricação de ligas com níveis extremos de supersaturação em solução sólida [18, 19]. Esses fenômenos ocorrem após a aplicação de deformações muito grandes [20] e isso abriu novos horizontes para a fabricação de ligas metálicas com novas microestruturas de equilíbrio através de *HPT*.

A temperatura [21–24], as condições do processamento por *SPD* [24–26] e os eventuais tratamentos térmicos realizados após a deformação plástica [26–30] afetam, significativamente, o processo de refinamento de grãos e o nível de resistência mecânica alcançado em ligas de Al-Zn-Mg-Cu após a aplicação das técnicas de *SPD*. Transformações como a dissolução de fases secundárias [31], o agrupamento, segregação de solutos [22, 23, 32, 33] e a precipitação dinâmica [22, 23, 28, 34, 35] são, eventualmente, desencadeadas nessas ligas de Al durante o *SPD*. No entanto, embora tenha sido demonstrado que um endurecimento adicional pode ser alcançado pela aplicação de processamento de *HPT* após deformação por prensagem em canal angular (*ECAP*) [36–38], ainda permanece falta de compreensão sobre a maneira pela qual a microestrutura inicial, antes do processamento de *HPT*, pode influenciar a ocorrência dessas

reações de estado sólido e, em seguida, alterar a resistência mecânica alcançada pelo processamento de *HPT*.

Assim, a presente pesquisa se iniciou com o objetivo de examinar o efeito do processamento de *HPT* por até 100 rotações sobre a evolução microestrutural e as características de endurecimento de uma liga de Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu, que foi submetida a tratamento de solubilização antes do processamento.

### 5.2.2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado neste estudo foi uma liga Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu (em %peso), reconhecida comercialmente como liga Al AA7050. Esse material foi fabricado a partir de cavacos de usinagem da liga Al 7050, reciclados por meio da técnica de *spray forming* e subsequente extrusão a 623 K [2, 39]. Discos de ~10 mm de diâmetro e ~1 mm de espessura foram usinados a partir do material extrudado e, em seguida, foram submetidos a tratamento de solubilização a 743 K por 8 h e resfriados em água para evitar a formação de precipitados grosseiros superenvelhecidos de  $MgZn_2$  durante o resfriamento.

Os discos solubilizados foram processados por *HPT* na temperatura ambiente utilizando cilindros com a configuração quase restrita (*quasi-constrained anvils*) [9, 11, 12]. Nesse procedimento, a amostra foi, primeiramente, inserida em uma cavidade superficial do cilindro inferior e, em seguida, comprimida até a pressão nominal de ~6,0 GPa [8, 10]. Posteriormente, o cilindro inferior foi rotacionado a ~1 rpm para um total de 1/8, 1, 5, 30, 50 e 100 voltas.

As superfícies da amostra solubilizada e dos discos processados por *HPT* foram desbastados com papéis abrasivos e polidos com pasta diamantada de 9, 3 e 1  $\mu$ m. Posteriormente, a distribuição da microdureza ao longo dos planos de seção média paralelos às superfícies superior e inferior de cada disco foi examinada usando um microdurômetro FM-700, equipado com um indentador Vickers, operando sob uma carga de 300 gf com um tempo de permanência de 10 s. A dureza foi registrada na amostra de Al na condição solubilizada e após processamento por *HPT*, mediante mesmo procedimento referido anteriormente [40]. A microdureza Vickers em cada posição ao longo do diâmetro do disco foi calculada como a média das medidas registradas a partir de 4 reentrâncias equidistantes separadas por 0,15 mm dos pontos selecionados.

Os exames de difração de raios X (DRX) foram realizados usando um difratômetro PANalytical C'Pert Pro com radiação Co  $K\alpha_1$  ( $\lambda = 1,7890 \text{ \AA}$ ). Os difratogramas foram adquiridos ao longo das

superfícies das amostras por meio de varreduras  $\theta$ - $2\theta$  de 10 a 90° utilizando incrementos angulares e de tempo de 0,02°/passo e 3 s/passos, respectivamente. Os padrões de DRX foram utilizados para calcular a densidade de discordâncias ( $\rho$ ) e o tamanho médio do cristalito com uso do software Convolutional Multiple Whole Profile (CMWP) [41] e com o perfil instrumental registrado usando hexaboreto de lantânio (LaB6) em pó.

As microestruturas da liga solubilizada e o material processado por 1, 30 e 100 rotações de *HPT* foram analisados por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando elétrons retroespalhados (*BSE*). Conforme retratado na Figura 5.14 as imagens de elétrons secundários (*SE*) foram adquiridas ao longo dos planos de seção média de cada disco (plano Z) utilizando um MEV JEOL JSM-6360LV operado a 20 kV após o polimento final com sílica coloidal de 0,06  $\mu\text{m}$ . A espectroscopia de raios X por dispersão de energia (*EDS*) foi utilizada para determinar o número de elementos na matriz Al e de partículas de segunda fase.

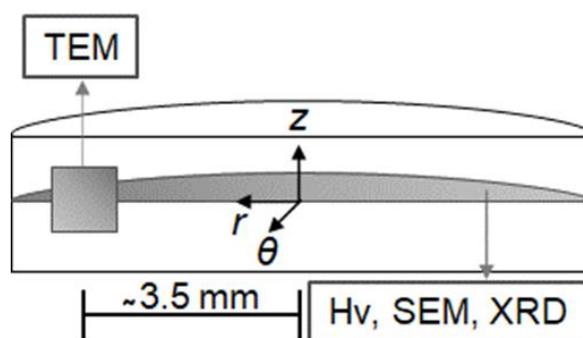


Figura 5.14: Representação esquemática das posições de amostragem para as análises microestruturais realizados na amostra solubilizada e na liga Al processada por *HPT*

As estruturas de grãos da liga Al 7050 submetidas a 1, 30 e 100 rotações de *HPT* na temperatura ambiente foram examinadas por meio de microscopia eletrônica de transmissão (MET) a partir do microscópio FEI Tecnai F20 operado a 200 kV. As lamelas de MET foram extraídas dos discos em posições localizadas ~3,5 mm dos centros do disco por meio de fresagem de feixe de íons focalizados usando um microscópio FEG FEI Quanta 3D. Todas as observações foram realizadas ao longo do plano  $\theta$ , conforme ilustrado na Figura 5.14. Os tamanhos médios de grãos foram calculados usando o método de interceptação linear e tanto o tamanho médio quanto as distribuições gerais das partículas de segunda fase foram estimados a partir de >200 medições individuais em imagens de MET representativas usando o software *ImageJ*.

## 5.2.3 RESULTADOS EXPERIMENTAIS

### 5.2.3.1 Distribuição de microdureza

A Figura 5.15 exibe a distribuição da microdureza Vickers ao longo dos planos de seção média para a liga Al 7050 na condição solubilizada e após processamento por até 100 rotações de *HPT* em temperatura ambiente. Extrai-se da Figura 5.15 que a liga antes do processamento exibe uma distribuição uniforme de microdureza com valores dentro da faixa de  $\sim 150$ - $160$  Hv. Após 1/8 de volta, os valores de dureza aumentam e atingem  $\sim 170$ - $175$  Hv em raios  $>4$  mm.

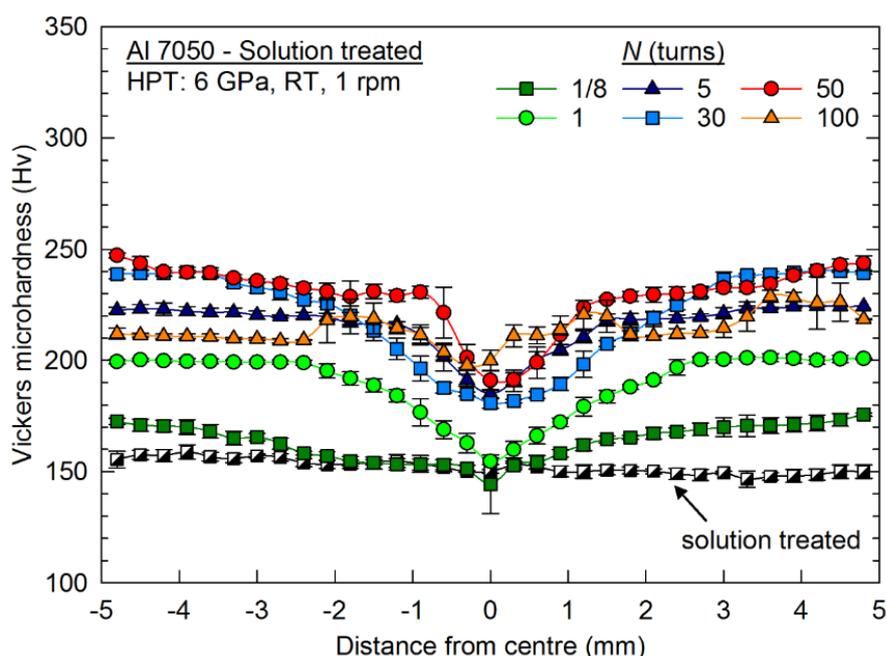


Figura 5.15: Variação da microdureza Vickers registrada na porção central da amostra com relação a distância dos centros dos discos de Al 7050 na condição solubilizada e após processamento por *HPT*.

Deformações adicionais até uma volta promovem endurecimento adicional e durezas Vickers de  $\sim 200$  Hv são obtidas no disco de Al para distâncias do centro  $>2$  mm, como observado em outras ligas de Al-Zn-Mg-Cu após o processamento de *HPT* em condições equivalentes [42, 43]. A microdureza Vickers continua a aumentar com o aumento do número de voltas e atinge valores de  $\sim 220$ - $230$  Hv para a liga de Al processada por 5 voltas de *HPT*. Isso mostra boa concordância com os valores relatados em estudos anteriores para ligas de Al com composições semelhantes após o processamento de *HPT* para 5-10 revoluções na temperatura ambiente [30, 42-44].

Os valores parecem atingir um limite máximo após 30 voltas de *HPT* com durezas de  $\sim 240$ - $250$  Hv perto das bordas do disco. Esses valores de dureza aumentam ligeiramente no centro do disco após 50 rotações, mas permanecem, essencialmente, inalterados nas posições radiais exteriores.

No entanto, o aumento do número de voltas de 50 para 100 leva ao amolecimento, como demonstrado por meio de uma diminuição na dureza Vickers na liga Al 7050. Após 100 revoluções de *HPT*, o material apresenta valores de microdureza que variam de ~210 a 230 Hv e distribuição mais assimétrica.

### 5.2.3.2 Evolução das microcavidades e das partículas de segunda fase

A Figura 5.16 mostra imagens representativas de *BSE* da microestrutura da liga Al-Zn-Mg-Cu no estado não deformado e após 1, 30 e 100 revoluções de *HPT*. É evidente na Figura 5.16 (a) que a liga solubilizada apresenta uma grande quantidade de pequenas microcavidades, o que é, particularmente, observável nas junções triplas e nos contornos dos grãos, como é típico para materiais fabricados por *spray forming*. O tamanho médio do grão no material não deformado foi estimado em ~25  $\mu\text{m}$  usando o método de interceptação linear. Além disso, a existência de partículas de segunda fase é notada com um contraste brilhante que é dividido em dois grupos distintos com base em seu tamanho e composição, conforme indicado pelas setas.

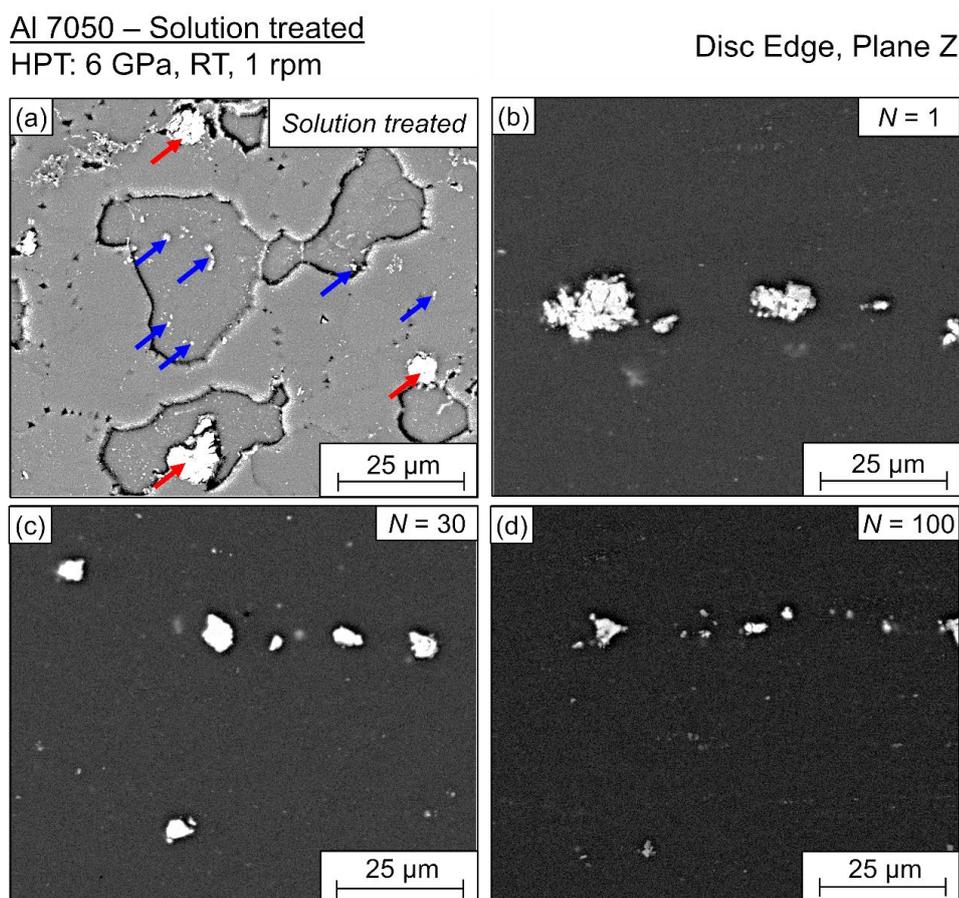


Figura 5.16: Imagens de *BSE* obtidas nas bordas dos discos da liga Al 7050 na (a) condição solubilizada e após (b) 1, (c) 30 e (d) 100 voltas de *HPT* na temperatura ambiente.

Nas imagens da Figura 5.16 (a), observam-se partículas grosseiras, identificadas por setas vermelhas, com tamanhos superiores a 5  $\mu\text{m}$ . A composição média dessas estruturas foi estimada por meio de medidas de *EDS* de modo que a estequiometria observada se assemelha aos compostos intermetálicos  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ , de acordo com experimentos anteriores [2, 39]. Conforme observado na Figura 5.16 (a), há um segundo grupo de partículas homoganeamente distribuídas por toda a microestrutura, identificado pelas setas azuis. Essas partículas têm tamanhos na ordem submicrométrica e composição média próxima da fase  $\eta$  em ligas de alumínio da série 7xxx que são ricas em Mg e Zn (precipitados de  $\text{MgZn}_2$ ) [3]. A presença de precipitados de  $\text{MgZn}_2$  na de alumínio solubilizada pode decorrer de alguma precipitação residual após o resfriamento e da ocorrência de envelhecimento natural [45], uma vez que as análises não foram realizadas, imediatamente, após o tratamento térmico inicial.

Após o processamento por *HPT*, as estruturas dos grãos são indistinguíveis por meio do MEV para as ampliações utilizadas na Figura 5.16. Nota-se, no entanto, que a aplicação de esforço torcional promoveu tanto o fechamento de cavidades quanto a fragmentação dos intermetálicos grosseiros  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ . O tamanho médio dessas partículas de segunda fase diminui com aumento do número de voltas, como já relatado em uma liga de Al semelhante após o *SPD* [34, 46]. Além disso, as partículas de  $\text{MgZn}_2$  não são visíveis nas imagens de *BSE* da liga Al 7050 processada por *HPT*, o que pode indicar redução dos seus tamanhos ou mesmo dissolução parcial desses precipitados na matriz de Al, como observado numa liga Al 7075 após o processamento de *HPT* a diferentes temperaturas [22, 23].

A Figura 5.17 (a) apresenta os difratogramas tanto da liga Al 7050 solubilizada quanto do material submetido a até 100 voltas de *HPT* na temperatura ambiente. As curvas da Figura 5.17 (a) indicam que as posições de pico dos planos do alumínio não são, significativamente, afetadas pelo processamento de *HPT*, no entanto, elas exibem alargamento acentuado após a deformação. A liga solubilizada apresenta picos para os planos (200), (111) e (222) da matriz de Al e há também um pico a  $2\theta \approx 35^\circ$  que indica a presença de  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ , de acordo com as medidas por *EDS*. Por outro lado, os picos associados à fase  $\text{MgZn}_2$  são, dificilmente, visíveis no metal não deformado, embora sejam vistos na Figura 5.16 (a). Após 1/8 de volta de *HPT*, o pico a  $2\theta \approx 35^\circ$  é diminuído e torna-se indistinguível nos padrões de DRX correspondentes à liga submetida a mais deformação por *HPT*. O processamento também leva ao início de um pico associado aos planos Al (220) que aumenta de tamanho com o aumento do número de voltas.

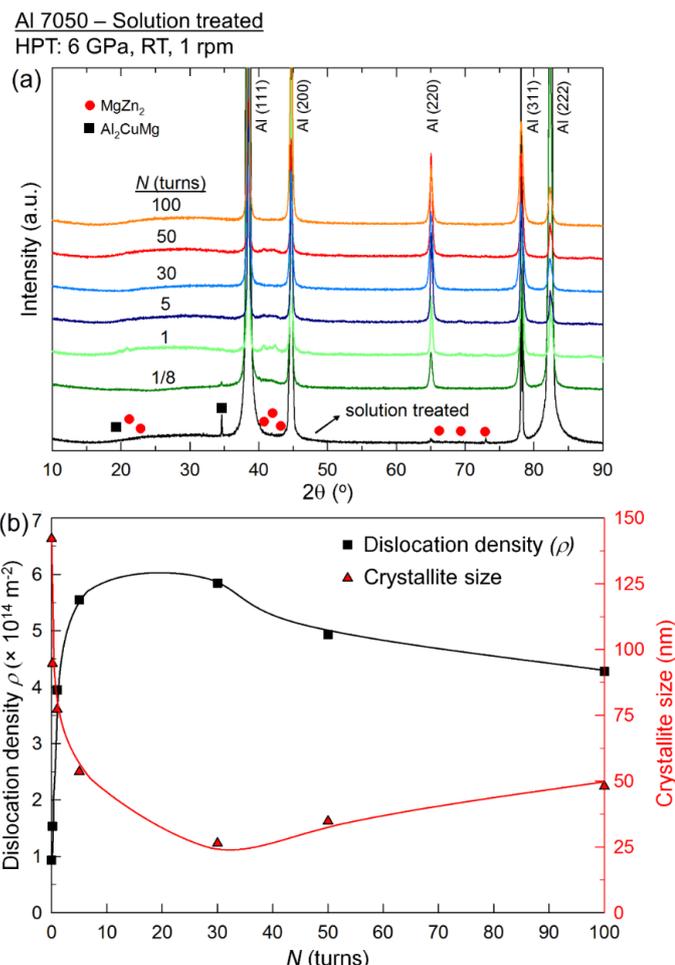


Figura 5.17: (a) Padrões de difração de raios X e gráficos de (b) tamanho de cristalito e densidade de discordâncias em função do número de voltas para discos da liga Al 7050 solubilizada e submetidos a até 100 voltas de processamento por *HPT*.

### 5.2.3.3 Evolução da estrutura de grãos

A Figura 5.17 (b) mostra a variação do tamanho médio do cristalito e da densidade de discordâncias em função do número de voltas ( $N$ ) para a liga Al 7050 na condição solubilizada ( $N = 0$ ) e após processamento por até 100 voltas de *HPT*. Depreende-se da Figura 5.17 (b) que o processamento por *HPT* conduz a rápida diminuição do tamanho do cristalito, ponderado por área, com número crescente de voltas até um total de 5 rotações. O tamanho do cristalito continua a diminuir, mas a uma taxa mais lenta e atinge um valor mínimo de  $\sim 28$  nm após 30 voltas de *HPT*. Posteriormente, o tamanho do cristalito exhibe tendência crescente com o aumento da deformação e atinge valor médio de  $\sim 50$  nm na liga processada por 100 rotações.

Os resultados na Figura 5.17 (b) revelam que há um aumento substancial na densidade de discordâncias após 5 voltas do processamento por *HPT* em comparação com o metal não

deformado. Há apenas um ligeiro incremento no valor de  $\rho$  após 30 voltas de *HPT* e o material atinge um limite máximo de  $\sim 5,8 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ . Deformações adicionais levam a redução considerável na densidade de discordâncias que diminui para  $\sim 4,4 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  após 100 revoluções de *HPT*.

A Figura 5.18 mostra imagens de MET das microestruturas de Al após processamento por meio de (a,b) 1, (c,d) 30 e (e,f) 100 voltas de *HPT*, juntamente, com os padrões de difração de elétrons (*SAED*) correspondentes às áreas analisadas na Figura 5.18 (a), (c) e (e). A partir da Figura 5.18 é aparente que o processamento por *HPT* promoveu o desenvolvimento de matrizes, razoavelmente, homogêneas de grãos nanoestruturados após 1, 30 e 100 revoluções. Os anéis bem definidos em todos os padrões *SAED*, que correspondem a planos cristalográficos em orientações distintas, demonstram de forma confiável a presença de cristais, altamente, desorientados que são, principalmente, separados por contornos de grãos de alto ângulo (*HAGBs*). Os valores do tamanho de grão ponderado por área,  $d$ , os eixos de grãos maiores e menores e as razões de aspecto da liga após 1, 30 e 100 voltas estão listados na Tabela 5.3.

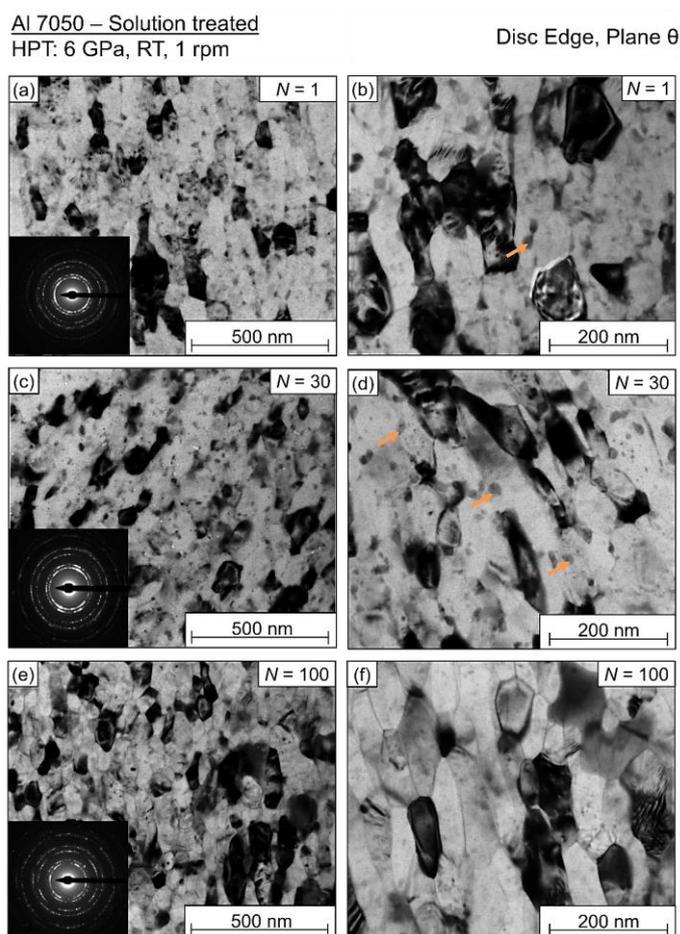


Figura 5.18: Padrões *SAED* e imagens de MET em diferentes ampliações mostrando detalhes das estruturas de grãos da liga Al 7050 solubilizada e processada por (a, b) 1, (c, d) 30 e (e, f) 100 voltas de *HPT*. As setas laranjas indicam a presença de aglomerados.

Tabela 5.3: Tamanho do grão, razão de aspecto e de valores médios dos eixos de grãos menores e maiores para a liga Al 7050 solubilizada e processada por de diferentes números de voltas de *HPT*.

<i>N</i> (voltas)	Tamanho grão* (nm)	Eixo menor* (nm)	Eixo maior* (nm)	Razão de aspecto* (-)
1	94,9 ± 5,7	74,0 ± 4,8	121,6 ± 6,3	1,64
30	86,0 ± 9,3	67,7 ± 9,5	109,3 ± 8,2	1,61
100	89,6 ± 5,0	66,4 ± 6,8	120,8 ± 6,8	1,82

\*Área-ponderada.

Após uma volta de *HPT*, o material exhibe grãos bastante equiaxiais, com tamanho médio de ~95 nm, equivalentes aos tamanhos de grãos relatados em investigações anteriores em ligas de Al-Zn-Mg-Cu após 1-2 voltas de *HPT* [38, 42]. Semelhante ao tamanho do cristalito, o tamanho do grão diminui e atinge um valor mínimo de ~86 nm na liga processada por 30 voltas. Posteriormente, com o aumento da deformação, o tamanho do grão aumenta de tal forma que atinge  $d \approx 90$  nm após 100 revoluções de *HPT*.

As imagens de MET na Figura 5.18 também revelam a existência de precipitados nanométricos, uniformemente, dispersos por toda a matriz de Al. Por um lado, as fases mais escuras foram identificadas como precipitados  $MgZn_2$  e são abundantes no material processado por 1 e 30 voltas de *HPT*. Por outro lado, as partículas nanométricas tornam-se mais escassas no material processado por 100 rotações, como é evidente a partir das imagens de MET mostradas na Figura 5.18 (e, f). Para fornecer inspeção mais detalhada dos tamanhos e das distribuições gerais dos nanoprecipitados, a Figura 5.19 mostra imagens de MET da microestrutura da liga Al 7050 processada por *HPT* tiradas em maiores ampliações.

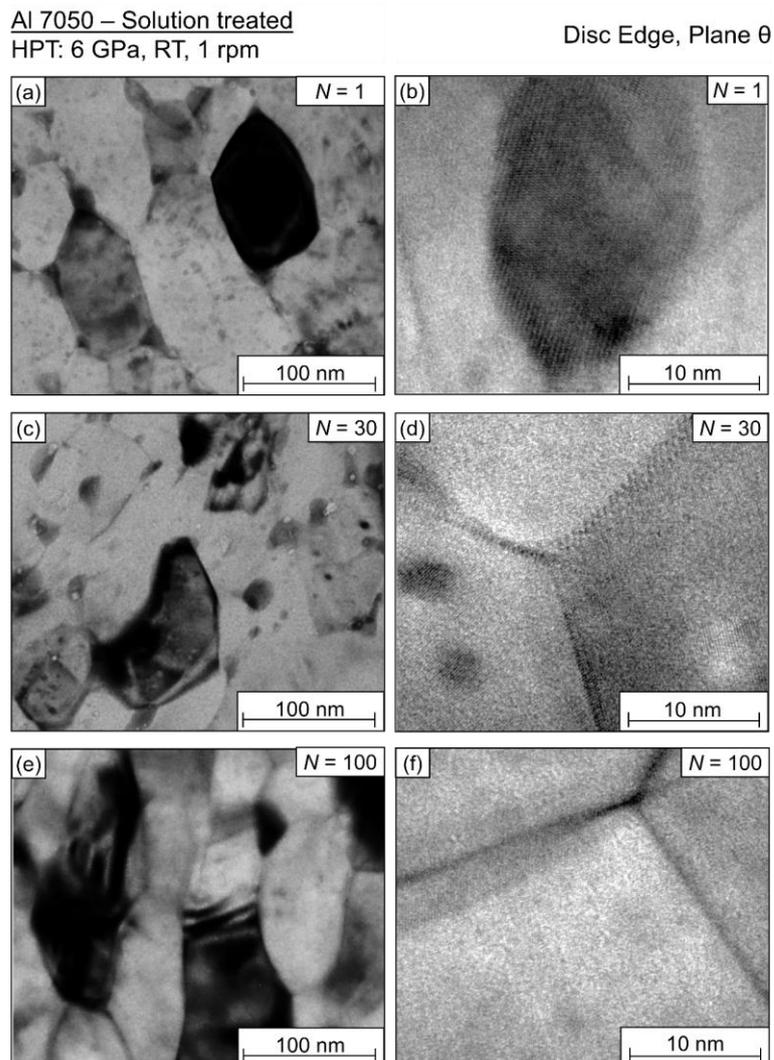


Figura 5.19: Imagens de MET em diferentes ampliações sobre detalhes das partículas de segunda fase e de contornos de grãos da liga Al 7050 solubilizada e processada por (a, b) 1, (c, d) 30 e (e, f) 100 voltas *HPT*.

O exame da Figura 5.19 revela que os precipitados de  $MgZn_2$  têm uma forma esférica e, dependendo do seu tamanho, são incoerentes (partículas grandes –Figura 5.19 (b) ou coerente (ver Figura 5.19 (d)) com a matriz de Al circundante. Também é evidente na Figura 5.19 alguns grãos, aparentemente, exibem aglomerados mais escuros em seus interiores e contornos, particularmente na junção tripla, o que indica semelhança com os segregados de solutos desenvolvidos na liga Al 7075 durante o processamento por *HPT* em condições análogas [22, 23].

Várias imagens de MET foram utilizadas para quantificar a quantidade de precipitados de  $MgZn_2$  nanométricos após diferentes números de voltas de *HPT* utilizando o software *ImageJ* e os resultados desses cálculos estão representados na Figura 5.20. A fração de área dos precipitados de  $MgZn_2$  é de  $\sim 2,8\%$  após 1 volta de *HPT* na temperatura ambiente e aumenta para  $\sim 3,6\%$  com deformação adicional até 30 revoluções, tendência seguida pela fração numérica da mesma fase.

No entanto, há uma diminuição substancial no número e na fração de área desses precipitados nanométricos após 100 voltas de *HPT*, pois essas partículas, raramente, são vistas nas imagens de MET. As medidas também foram utilizadas para estimar os tamanhos das nanopartículas de  $\text{MgZn}_2$  e os diâmetros equivalentes dessas partículas submetidas a 1, 30 e 100 voltas de *HPT* são  $32,8 \pm 0,3$ ,  $20,7 \pm 0,2$  e  $22,0 \pm 0,9$  nm, respectivamente. Vale ressaltar que os tamanhos dos precipitados são compatíveis com os valores documentados na literatura para outras ligas de Al-Zn-Mg-Cu processadas por *HPT* em condições semelhantes [22, 23].

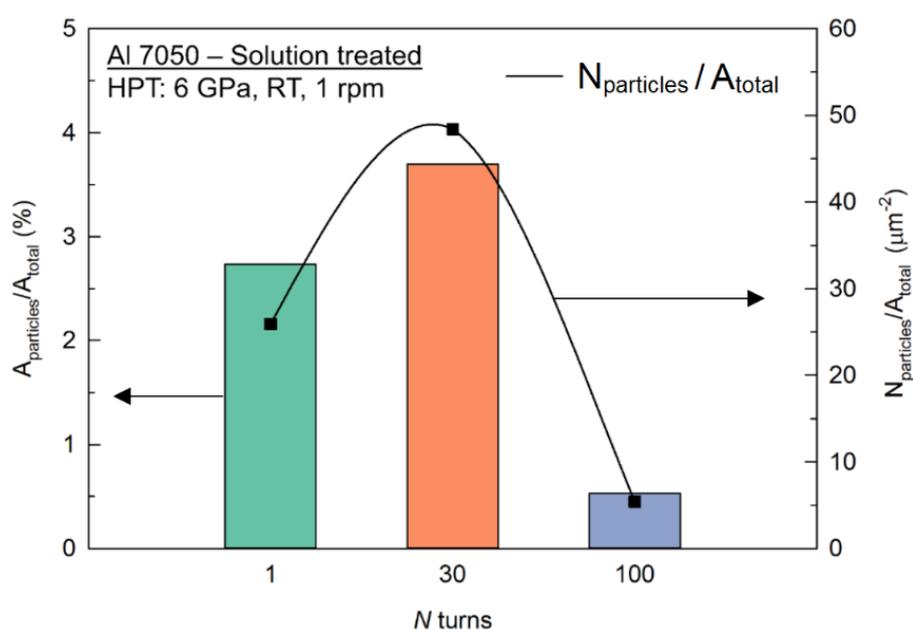


Figura 5.20: Fração por área (lado esquerdo) e fração numérica (lado direito) de partículas de segunda fase para a liga Al 7050 processadas por meio de diferentes números de voltas de *HPT* na temperatura ambiente.

## 5.2.4 DISCUSSÃO

### 5.2.4.1 Resistência mecânica na liga Al-Zn-Mg-Cu processada por *HPT*

Depreende-se, neste estudo, que o processamento da liga Al 7050 solubilizada e processada por *HPT* em temperatura ambiente envolve sequência complexa de transformações de estado sólido, incluindo refinamento severo de grãos, concomitantemente, com a fragmentação e a dissolução de partículas de segundas fases pré-existent, bem como precipitação dinâmica de partículas nanométricas. Essa série de eventos durante o processamento por *HPT* leva ao endurecimento substancial na liga de Al em comparação com o metal em seu estado não deformado, atingindo uma dureza máxima de  $\sim 240$  Hv após 30 rotações de *HPT*. Isso pode ser atribuído, principalmente, à obtenção de tamanhos de grãos de até  $\sim 86$  nm e à densidade de discordâncias

de  $\sim 5,8 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ , mas também à contribuição do endurecimento de precipitação devido ao desenvolvimento de partículas de  $\text{MgZn}_2$  com tamanhos de dezenas de nanômetros.

Os valores de microdureza Vickers e os tamanhos de grãos correspondentes obtidos em diferentes ligas de Al-Zn-Mg-Cu após *HPT* na temperatura ambiente estão resumidos na Tabela 5.4, que também detalha a composição química e a história termomecânica de cada liga antes do processamento por *HPT* [22, 30, 36, 37, 42–44]. Em primeiro lugar, é importante notar que os valores relatados de tamanhos de grãos se originam de diferentes técnicas utilizadas para análises microestruturais, como microscopia de transmissão [30, 42, 44], difração de elétrons retroespalhados [36, 37, 43] e difração de Kikuchi em transmissão (*TKD*) [22]. No entanto, decorre desses dados que os resultados são, mutuamente, consistentes e tendem a apresentar tamanhos de grãos menores em amostras analisadas por MET, devido à dificuldade intrínseca de diferenciar contornos de grãos de baixo e de alto ângulo na aplicação do método de interceptação linear.

Tabela 5.4: Valores de microdureza Vickers e tamanho de grão em ligas de Al-Zn-Mg-Cu após *HPT*.

Composição da liga (%peso)	Condição inicial	Parâmetros de processo	Dureza Vickers (Hv)	Tamanho de grão (nm)	Referências
Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu (Al 7050)	Solubilização a 743 K por 8 h	6 GPa, 1 volta	~200	~95	Este estudo
		6 GPa, 30 voltas	~240	~86	
		6 GPa, 100 voltas	~210	~90	
Al-6,3Zn-2,4Mg-2,3Cu (Al 7150)	Solubilização a 748 K por 45 min	4 GPa, 1 volta	~210	~150	(GHOSH; GAO; STARINK, 2012b)
		6 GPa, 5 voltas	~230	~120	
Al-6,1Zn-2,8Mg-1,0Cu (Al 7075)	Solubilização a 748 K por 1 h	5 GPa, 10 voltas	~230	~70	(STOLYAROV <i>et al.</i> , 1997b)
Al-5,9Zn-2,5Mg-1,4Cu (Al 7075)	Homogeneização a 753 K por 5 h + tempera em água	6 GPa, 2 voltas <sup>a</sup>	~260	~140	(ZHANG <i>et al.</i> , 2019b)
		6 GPa, 5 voltas <sup>a</sup>	~260	~180	
		6 GPa, 10 voltas <sup>a</sup>	~280	~160	
Al-5,6Zn-2,5Mg-1,6Cu (Al 7075)	T6 <sup>b</sup> + envelhecimento a 553 K por 5 h	6 GPa, 5 voltas	~220	~100-150	(GARCÍA-INFANTA <i>et al.</i> , 2009b)
Al-5,6Zn-2,5Mg-1,6Cu (Al 7075)	Recozimento a 753 K por 1h	6 GPa, 5 voltas	~220	~250	(SABBAGHIANRAD; KAWASAKI; LANGDON, 2012b)
Al-5,6Zn-2,5Mg-1,6Cu (Al 7075)	Recozimento a 753 K por 1h + <i>ECAP</i> : $\phi = 110^\circ$ , 473 K, 4 passes	6 GPa, 20 voltas	~250	~310	(SABBAGHIANRAD; LANGDON, 2014b)
Al-5,6Zn-2,5Mg-1,6Cu (Al 7075)	Recozimento a 753 K por 1h + <i>ECAP</i> : $\phi = 110^\circ$ , 473 K, 8 passes	6 GPa, 20 voltas	~265	~200	(SABBAGHIANRAD; LANGDON, 2015b)

<sup>a</sup> Diâmetro do disco de 20 mm.

<sup>b</sup> T6 refere-se ao aquecimento a 753-778 K por 10 min + tempera em água + envelhecimento a 423 K por 16-24 h.

Os resultados na Tabela 5.4 revelam que os tamanhos de grãos na faixa de ~70-280 nm são alcançados em ligas de Al-Zn-Mg-Cu com composições semelhantes após *HPT* em temperatura ambiente para diferentes números de voltas. Além disso, os valores de dureza registrados nas posições em que os tamanhos de grãos foram avaliados variam de ~200-280 Hv para as várias

condições de *HPT* relatadas na Tabela 5.4. A maior dureza Vickers mostrada na Tabela 5.4 corresponde aos valores relatados para a liga Al-5,9Zn-2,5Mg-1,4Cu processada por 2, 5 e 10 rotações de *HPT* [22, 23], embora os tamanhos de grãos nessa liga sejam, relativamente, maiores em comparação com as outras ligas de Al dos resultados tabulados.

Para compreender esse aparente paradoxo, deve-se ressaltar que as medidas de tamanho de grão nas referidas investigações [22, 23] foram realizadas por meio de mapas *TKD*, nas quais utilizado o conceito de diâmetro de círculo equivalente, procedimentos que comumente levam a estimativas maiores [47]. Assim, essa inconsistência pode estar, parcialmente, relacionada às diferentes técnicas utilizadas para calcular os tamanhos de grãos, mas também à ocorrência de segregação substancial nos contornos de grãos e de agrupamento de solutos com precipitação dinâmica de nanopartículas na liga Al-5,9Zn-2,5Mg-1,4Cu [22, 23]. Esses fenômenos também são observados na liga Al 7050, utilizada no presente estudo, no entanto, eles ocorrem em extensão muito menor, o que poderia estar relacionado a diferenças na composição química dessas ligas e ao aumento mais significativo da temperatura nos discos de Al 7075 que têm diâmetros maiores (~20 mm) e podem atingir ~160 °C após 10 voltas de *HPT* [12, 48, 49].

Os resultados resumidos na Tabela 5.4 também sugerem que a história termomecânica anterior ao processamento de *HPT* desempenha um papel importante nos níveis de endurecimento e de refinamento de grãos alcançados nas ligas de Al-Zn-Mg-Cu. Os discos de Al processados por uma combinação de processamento por *ECAP* e *HPT* [36, 37] apresentam maior dureza do que os valores encontrados na liga Al 7050 neste estudo. Eles também exibem uma distribuição mais uniforme de dureza em comparação com a liga Al 7050 após níveis comparáveis de deformação *HPT* na temperatura ambiente.

Em última análise, deve-se destacar que não apenas o endurecimento por contornos de grãos [50, 51], mas também a presença de precipitados nanométricos originados de precipitação dinâmica ou envelhecimento após o processamento de *HPT* parece desempenhar um papel importante na resistência mecânica alcançada das ligas de Al-Zn-Mg-Cu [29, 30, 52]. A liga Al-6,1Zn-2,8Mg-1,0Cu apresentou uma dureza média de ~230 Hv, imediatamente, após o processamento por 10 rotações de *HPT* [30]. No entanto, após o envelhecimento natural na temperatura ambiente por 20 dias, a dureza aumentou para ~285 Hv, condição semelhante relatada para uma liga de Al-5,7Zn-1,9Mg-0,35Cu após o processamento por prensagem em canal angular seguida de envelhecimento natural por 7 dias [52]. Neste estudo, a dureza da liga Al 7050 caiu de ~240 para ~210 Hv comparando os discos processados por até 30 e 100 voltas de *HPT*. O amolecimento do

metal ocorreu sem mudança significativa no tamanho médio dos grãos, mas com diminuição acentuada nas frações de nanoprecipitados, como mostra a Figura 5.20.

#### 5.2.4.2 Início do amolecimento da liga solubilizada Al-Zn-Mg-Cu processada por *HPT*

O processamento da liga Al 7050 solubilizada e processada por 100 voltas de *HPT* na temperatura ambiente leva à formação de nova microestrutura de equilíbrio em comparação com outras ligas de Al-Zn-Mg-Cu, submetidas ao processamento por *HPT* até 5-20 rotações [22, 30, 36, 37, 42-44]. Para fornecer comparação abrangente dos níveis de endurecimento alcançados nessas ligas de Al, após o processamento de *HPT* e usando diferentes condições de processamento, os valores médios da dureza de Vickers registrados em posições radiais equivalentes,  $R$ , para um determinado número de voltas,  $N$ , foram plotados na Figura 5.21 em relação às deformações equivalentes,  $\varepsilon_{eq}$ , impostas durante o processamento. Pontos de dados adicionais também foram incluídos na Figura 5.21 para ligas similares processadas por *HPT* [30, 36, 37, 42-44]. A espessura,  $h$ , de 0,70 mm foi admitida nos cálculos, aplicando-se a Equação 5.3 [53]:

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2\pi RN}{\sqrt{3}h} \quad \text{Equação 5.3}$$

Isso é demonstrado na Figura 5.21 na qual se observa aumento linear na microdureza Vickers com relação a  $\varepsilon_{eq}$  ( $\log \varepsilon_{eq}$ ) até uma deformação equivalente de  $\sim 200$ , quando o endurecimento ocorre a uma taxa menor até a obtenção de valores máximos de  $\sim 250$  Hv a  $\varepsilon_{eq} \approx 600$ . A deformação adicional promove redução constante nos valores de dureza até  $\sim 210$  Hv a  $\varepsilon_{eq} \approx 3000$ . Nota-se também que os valores relatados na literatura correspondem as tendências obtidas neste estudo, embora tenham sido alcançados em ligas de Al com composições diferentes.

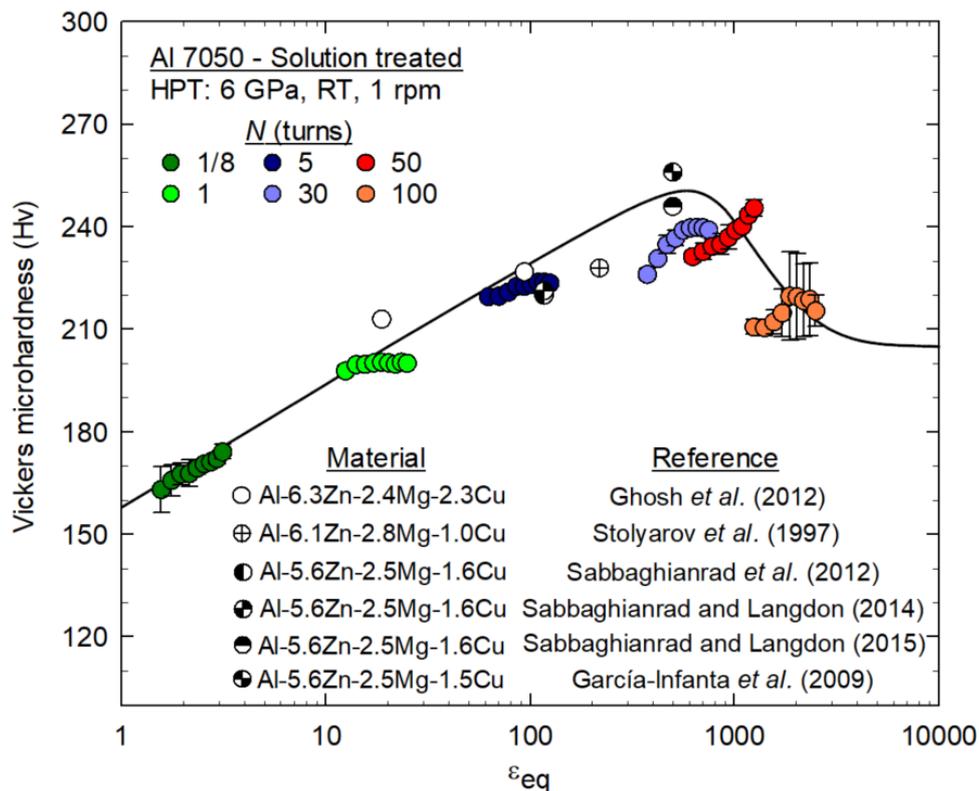


Figura 5.21: Gráfico da microdureza Vickers em função da deformação equivalente,  $\epsilon_{eq}$ , para discos de Al-Zn-Mg-Cu processados por até 100 voltas de *HPT*: pontos de dados adicionais são incluídos para ligas de Al semelhantes processadas por *HPT* [30, 36, 37, 42–44].

O início do amolecimento, após grandes deformações durante o processamento por *SPD*, tem sido relatado para diferentes materiais e procedimentos [40, 54–60] e sua origem é, comumente, atribuída a maior contribuição de recuperação dinâmica durante a deformação [54, 59, 61], ao papel dos contornos de grãos, atuando como aniquiladores de discordâncias [60], ou à ocorrência de deformação por deslizamento de contornos de grãos (*GBS*) [56, 58, 62–64]. Nos experimentos do presente estudo, não há mudança substancial nos tamanhos de grãos, quando comparado com o material processado através de 30 e 100 voltas de *HPT*. Assim, o amolecimento acentuado do fluxo parece estar relacionado à redução no número e na fração de área dos nanoprecipitados na liga Al 7050 após 100 revoluções.

Deve notar-se que esse fenômeno não parece estar relacionado à coalescência de pequenos precipitados, tal como referenciado após o processamento por *ECAP* [46], uma vez que a dimensão média das nanopartículas remanescentes permanece, praticamente, inalterada. Portanto, o amolecimento do material pode ter se originado da dissolução de nanopartículas na matriz de Al, o que leva ao aumento no caminho livre médio de discordâncias dentro dos grãos nanoestruturados.

Estudos têm mostrado que a dissolução de fases secundárias leva ao agrupamento de solutos e à segregação nos contornos de grãos [32, 65]. Nesse caso, há um aumento na resistência mecânica em ligas de Al devido à redução na mobilidade dos contornos de grão, dependendo da natureza e da quantidade de segregação de solutos [33, 66–69], o que, conseqüentemente, permite a obtenção de tamanhos de grãos menores em estado estacionário [32, 33]. No entanto, nos atuais experimentos, por um lado, a segregação de solutos nos contornos de grão não parece desempenhar um papel importante durante a deformação por *HPT*, pois apenas alguns contornos têm um contraste escuro distinto, apesar de o fenômeno da segregação ensejar sua maior incidência. Por outro lado, como o processamento por *HPT* leva à distribuição uniforme de partículas de  $MgZn_2$  nanométricas, especialmente, no interior dos grãos recém-formados, é provável que sua dissolução tenha ocorrido de forma homogênea em toda a microestrutura da matriz de Al e não tenha apresentado uma forte preferência pelos contornos de grãos. Isso pode explicar o amolecimento do material observado na liga Al 7050, inicialmente, solubilizada e processada por *HPT* de 30 a 100 rotações em temperatura ambiente.

Para resumir os resultados atuais, a Figura 5.22 fornece uma representação esquemática das estruturas de grãos e de partículas de segunda fase na liga Al-Zn-Mg-Cu solubilizada em diferentes estágios de processamento por meio da técnica de *HPT* em temperatura ambiente. Verifica-se nesta ilustração esquemática que a microestrutura inicial tem grãos relativamente grandes, juntamente com compostos intermetálicos grosseiros e algumas partículas de  $MgZn_2$  antes do processamento de *HPT*. A aplicação de esforço torcional promove o refinamento de grãos, a fragmentação e a dissolução de intermetálicos, seguida de precipitação de nanopartículas representadas pelos círculos alaranjados. Isso leva ao endurecimento acentuado com aumento da deformação até a obtenção de limites superiores devido à combinação de discordâncias, de contornos de grãos e de endurecimento por precipitação.

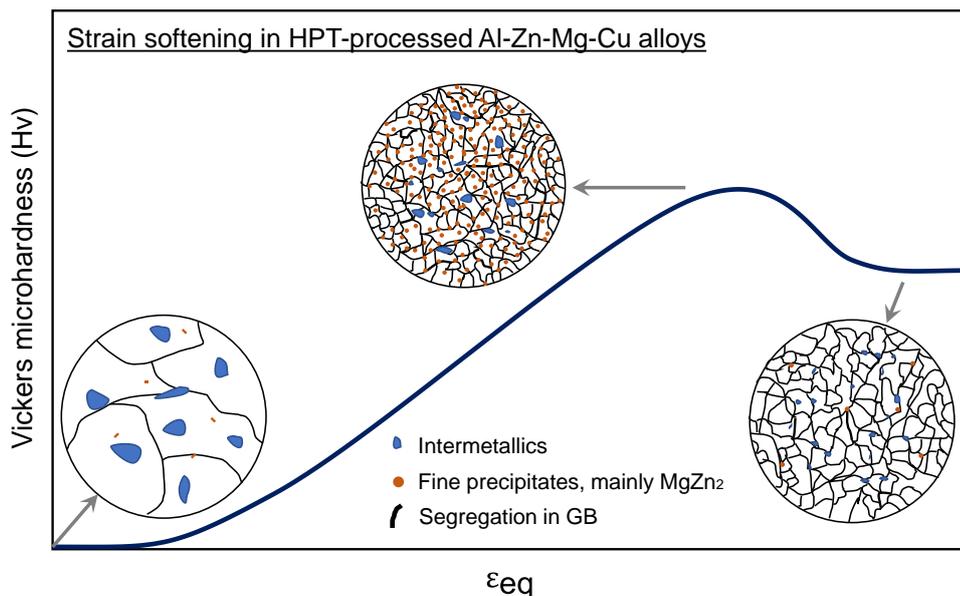


Figura 5.22: Ilustração esquemática do amolecimento e microestruturas típicas desenvolvidas em ligas de Al-Zn-Mg-Cu solubilizadas e processadas por *HPT* na temperatura ambiente.

A deformação adicional promove uma dissolução de nanopartículas e, simultaneamente, amolecimento do material, que, provavelmente, está associado ao aumento na solubilidade na matriz de Al em razão do aumento da temperatura de processamento que pode atingir  $\sim 70^\circ\text{C}$  após 30 voltas de *HPT* [12, 48, 49]. Além disso, o aumento da temperatura de processamento após suficiente deformação também pode aumentar a contribuição de mecanismos termicamente assistidos, como a escalada e o deslizamento cruzado de discordâncias, o que facilita a aniquilação de defeitos e reduz a resistência do material [23, 59, 70]. Isso é consistente com a redução substancial na densidade de discordâncias na liga Al 7050 ao aumentar o número de rotações de 30 para 100 voltas de *HPT*, como mostrado na Figura 5.17 (b).

### 5.2.5 RESUMO E CONCLUSÕES

Uma liga Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu solubilizada, com um tamanho de grão inicial de  $\sim 25\ \mu\text{m}$  foi processada por *HPT* em temperatura ambiente para produzir grãos com um tamanho médio de  $\sim 86\ \text{nm}$  e uma distribuição homogênea de partículas nanométricas com diâmetros de  $\sim 20\ \text{nm}$  após 30 voltas.

- 1- Após uma volta de *HPT*, a microestrutura da liga apresentou grãos bastante equiaxiais, com tamanho médio de  $\sim 95\ \text{nm}$  e densidade de discordâncias,  $\rho$ , de  $\sim 4 \times 10^{14}\ \text{m}^{-2}$ . Há evidências de precipitação dinâmica com a formação de partículas de dezenas de nanômetros de tamanho. Isso é consistente com o rápido aumento da dureza Vickers em

comparação com o metal não deformado que atinge  $\sim 210$  Hv na borda do disco processado por *HPT*.

- 2- Deformação adicional de até 30 rotações de *HPT* leva à precipitação adicional de partículas de segunda fase e ao refinamento de grãos até  $\sim 86$  nm. Isso ocorre, concomitantemente, com a obtenção de valores máximos de densidade de discordâncias e de microdureza que atingem  $\sim 6 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  e 240 Hv, respectivamente.
- 3- Após 100 revoluções, a liga de Al 7050 exibe, essencialmente, o mesmo nível de refinamento de grãos, mas apresenta quantidades menores de nanoprecipitados e redução de  $\rho$  para  $\sim 4 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ . Isso leva à redução na dureza Vickers para  $\sim 210$  Hv devido à dissolução de fases secundárias e a maior contribuição de recuperação dinâmica.

#### 5.2.6 AGRADECIMENTOS

Os Autores agradecem ao Centro de Microscopia da UFMG pelo apoio na análise de microscopia eletrônica. Esta pesquisa foi financiada pelo CNPq no âmbito das Bolsas 443736/2018-9 (PHRP) e 300874/2018-9 (RPC) e FAPEMIG sob a Bolsa APQ-01342-21 (PHRP). O trabalho de um de nós foi apoiado pelo Conselho Europeu de Investigação ao abrigo do Acordo de Subvenção ERC n.º 267464-SPDMETALS (TGL).

#### 5.2.7 REFERÊNCIAS

1. Gubicza J, Chinh NQ, Horita Z, Langdon TG (2004) Effect of Mg addition on microstructure and mechanical properties of aluminum. *Materials Science and Engineering: A* 387–389:55–59. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.03.076>
2. Mazzer EM, Afonso CRM, Bolfarini C, Kiminami CS (2013) Microstructure study of Al 7050 alloy reprocessed by spray forming and hot-extrusion and aged at 121°C. *Intermetallics (Barking)* 43:182–187. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2013.08.004>
3. Azarniya A, Taheri AK, Taheri KK (2019) Recent advances in ageing of 7xxx series aluminum alloys: A physical metallurgy perspective. *J Alloys Compd* 781:945–983. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.11.286>
4. Alexandrov IV, Valiev RZ (2001) Developing of SPD processing and enhanced properties in bulk nanostructured metals. *Scr Mater* 44:1605–1608
5. Langdon TG (2013) Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement. *Acta Mater* 61:7035–7059. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.08.018>

6. Sabirov I, Murashkin MYu, Valiev RZ (2013) Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development. *Materials Science and Engineering: A* 560:1–24. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.020>
7. Zhilyaev AP, Langdon TG (2008) Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Prog Mater Sci* 53:893–979. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002>
8. Pereira PHR, Figueiredo RB (2019) Finite element modelling of high-pressure torsion: An overview. *Mater Trans* 60:1139–1150. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MF201906>
9. Pereira PHR, Figueiredo RB, Cetlin PR, Langdon TG (2014) Using finite element modelling to examine the flow process and temperature evolution in HPT under different constraining conditions. *IOP Conf Ser Mater Sci Eng* 63:012041. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/63/1/012041>
10. Pereira PHR, Figueiredo RB, Cetlin PR, Langdon TG (2015) An examination of the elastic distortions of anvils in high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A* 631:201–208. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.02.052>
11. Figueiredo RB, Cetlin PR, Langdon TG (2011) Using finite element modeling to examine the flow processes in quasi-constrained high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A* 528:8198–8204. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.07.040>
12. Figueiredo RB, Pereira PHR, Aguilar MTP, et al (2012) Using finite element modeling to examine the temperature distribution in quasi-constrained high-pressure torsion. *Acta Mater* 60:3190–3198. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.02.027>
13. Castro MM, Montoro LA, Isaac A, et al (2021) Mechanical mixing of Mg and Zn using high-pressure torsion. *J Alloys Compd* 869:159302. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.159302>
14. Castro MM, Sabbaghianrad S, Pereira PHR, et al (2019) A magnesium-aluminium composite produced by high-pressure torsion. *J Alloys Compd* 804:.. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.07.007>
15. Castro MM, Pereira PHR, Isaac A, et al (2019) Development of a magnesium-alumina composite through cold consolidation of machining chips by high-pressure torsion. *J Alloys Compd* 780:422–427
16. Han JK, Liss KD, Langdon TG, Kawasaki M (2019) Synthesis of a bulk nanostructured metastable Al alloy with extreme supersaturation of Mg. *Scientific Reports* 2019 9:1 9:1–7. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-53614-3>
17. Milhorato FR, Figueiredo RB, Langdon TG, Mazzer EM (2020) Development of an Al 7050-10 vol.% alumina nanocomposite through cold consolidation of particles by high-pressure torsion. *Journal of Materials Research and Technology* 9:12626–12633. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.09.014>

18. Mohammadi A, Enikeev NA, Murashkin MYu, et al (2021) Developing age-hardenable Al-Zr alloy by ultra-severe plastic deformation: Significance of supersaturation, segregation and precipitation on hardening and electrical conductivity. *Acta Mater* 203:116503. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.116503>
19. Kormout KS, Pippan R, Bachmaier A (2017) Deformation-Induced Supersaturation in Immiscible Material Systems during High-Pressure Torsion. *Adv Eng Mater* 19:1600675. <https://doi.org/10.1002/adem.201600675>
20. Edalati K (2019) Metallurgical alchemy by ultra-severe plastic deformation via high-pressure torsion process. *Mater Trans* 60:1221–1229. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MF201914>
21. Shaeri MH, Shaeri M, Ebrahimi M, et al (2016) Effect of ECAP temperature on microstructure and mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Progress in Natural Science: Materials International* 26:182–191. <https://doi.org/10.1016/J.PNSC.2016.03.003>
22. Zhang Y, Jin S, Trimby P, et al (2019) Strengthening mechanisms in an ultrafine-grained Al-Zn-Mg-Cu alloy processed by high pressure torsion at different temperatures. *Materials Science and Engineering: A* 752:223–232. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.094>
23. Zhang Y, Jin S, Trimby PW, et al (2019) Dynamic precipitation, segregation and strengthening of an Al-Zn-Mg-Cu alloy (AA7075) processed by high-pressure torsion. *Acta Mater* 162:19–32. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.09.060>
24. Kumar A, Godasu AK, Pal K, Mula S (2018) Effects of in-process cryocooling on metallurgical and mechanical properties of friction stir processed Al7075 alloy. *Mater Charact* 144:440–447. <https://doi.org/10.1016/J.MATCHAR.2018.08.001>
25. Zhang J, Upadhyay P, Hovanski Y, Field DP (2018) High-Speed Friction Stir Welding of AA7075-T6 Sheet: Microstructure, Mechanical Properties, Micro-texture, and Thermal History. *Metallurgical and Materials Transactions A* 49A:210–222. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4411-4>
26. Zhao YH, Liao XZ, Jin Z, et al (2004) Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing. *Acta Mater* 52:4589–4599. <https://doi.org/10.1016/J.ACTAMAT.2004.06.017>
27. Afifi MA, Wang YC, Pereira PHR, et al (2018) Effect of heat treatments on the microstructures and tensile properties of an ultrafine-grained Al-Zn-Mg alloy processed by ECAP. *J Alloys Compd* 749:567–574. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.03.206>
28. Afifi MA, Wang YC, Pereira PHR, et al (2018) Mechanical properties of an Al-Zn-Mg alloy processed by ECAP and heat treatments. *J Alloys Compd* 769:631–639. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.07.343>

29. Duchaussoy A, Sauvage X, Deschamps A, et al (2021) Complex interactions between precipitation, grain growth and recrystallization in a severely deformed Al-Zn-Mg-Cu alloy and consequences on the mechanical behavior. *Materialia* (Oxf) 15:101028. <https://doi.org/10.1016/J.MTLA.2021.101028>
30. Stolyarov VV, Latysh VV, Shundalov VA, et al (1997) Influence of severe plastic deformation on aging effect of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy. *Materials Science and Engineering: A* 234-236:339-342. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00210-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00210-4)
31. Xue K, Wang B, Yan S, et al (2019) Strain-Induced Dissolution and Precipitation of Secondary Phases and Synergetic Strengthening Mechanisms of Al-Zn-Mg-Cu Alloy during ECAP. *Adv Eng Mater* 21:1801182. <https://doi.org/10.1002/adem.201801182>
32. Sauvage X, Duchaussoy A, Zaher G (2019) Strain Induced Segregations in Severely Deformed Materials. *Mater Trans* 60:1151-1158. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MF201919>
33. Sha G, Yao L, Liao X, et al (2011) Segregation of solute elements at grain boundaries in an ultrafine grained Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Ultramicroscopy* 111:500-505. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2010.11.013>
34. Afifi MA, Wang YC, Pereira PHR, et al (2018) Characterization of precipitates in an Al-Zn-Mg alloy processed by ECAP and subsequent annealing. *Materials Science and Engineering A* 712:146-156. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.091>
35. Afifi MA, Pereira PHR, Wang YC, et al (2017) Effect of ECAP processing on microstructure evolution and dynamic compressive behavior at different temperatures in an Al-Zn-Mg alloy. *Materials Science and Engineering A* 684:617-625. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.12.099>
36. Sabbaghianrad S, Langdon TG (2015) An evaluation of the saturation hardness in an ultrafine-grained aluminum 7075 alloy processed using different techniques. *J Mater Sci* 50:4357-4365. <https://doi.org/10.1007/s10853-015-8989-x>
37. Sabbaghianrad S, Langdon TG (2014) A critical evaluation of the processing of an aluminum 7075 alloy using a combination of ECAP and HPT. *Materials Science and Engineering A* 596:52-59. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.12.034>
38. Duan ZC, Liao XZ, Kawasaki M, et al (2010) Influence of high-pressure torsion on microstructural evolution in an Al-Zn-Mg-Cu alloy. *J Mater Sci* 45:4621-4630. <https://doi.org/10.1007/s10853-010-4400-0>
39. Mazzer EM, Afonso CRM, Galano M, et al (2013) Microstructure evolution and mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy reprocessed by spray-forming and heat treated at peak aged condition. *J Alloys Compd* 579:169-173. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.06.055>

40. Kawasaki M, Langdon TG (2008) The significance of strain reversals during processing by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A* 498:341–348. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.08.021>
41. Ribárik G, Gubicza J, Ungár T (2004) Correlation between strength and microstructure of ball-milled Al-Mg alloys determined by X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering A* 387–389. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.01.089>
42. Ghosh KS, Gao N, Starink MJ (2012) Characterisation of high pressure torsion processed 7150 Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Materials Science and Engineering A* 552:164–171. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.026>
43. Sabbaghianrad S, Kawasaki M, Langdon TG (2012) Microstructural evolution and the mechanical properties of an aluminum alloy processed by high-pressure torsion. *J Mater Sci* 47:7789–7795. <https://doi.org/10.1007/s10853-012-6524-x>
44. García-Infanta JM, Zhilyaev AP, Sharafutdinov A, et al (2009) An evidence of high strain rate superplasticity at intermediate homologous temperatures in an Al-Zn-Mg-Cu alloy processed by high-pressure torsion. *J Alloys Compd* 473:163–166. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.06.006>
45. Magalhães DCC, Hupalo MF, Cintho OM (2014) Natural aging behavior of AA7050 Al alloy after cryogenic rolling. *Materials Science and Engineering: A* 593:1–7
46. Sha G, Wang YB, Liao XZ, et al (2009) Influence of equal-channel angular pressing on precipitation in an Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Acta Mater* 57:3123–3132. <https://doi.org/10.1016/j.ACTAMAT.2009.03.017>
47. Coutinho YA, Rooney SCK, Payton EJ (2017) Analysis of EBSD Grain Size Measurements Using Microstructure Simulations and a Customizable Pattern Matching Library for Grain Perimeter Estimation. *Metall Mater Trans A* 48: 2375–2395. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4031-z>
48. Pereira PHR, Figueiredo RB, Huang Y, et al (2014) Modeling the temperature rise in high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A* 593:185–188. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.11.015>
49. Edalati K, Hashiguchi Y, Pereira PHR, et al (2018) Effect of temperature rise on microstructural evolution during high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A* 714:167–171. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.12.095>
50. Hall EO (1951) The deformation and ageing of mild steel: II Characteristics of the Lüders deformation. *Proceedings of the Physical Society Section B* 64:742–747. <https://doi.org/10.1088/0370-1301/64/9/302>
51. Petch NJ (1953) The cleavage strength of polycrystals. *J Iron Steel Inst* 174:25–28. <https://doi.org/10.1007/BF01972547>

52. Gubicza J, Schiller I, Chinh NQ, et al (2007) The effect of severe plastic deformation on precipitation in supersaturated Al–Zn–Mg alloys. *Materials Science and Engineering: A* 460–461:77–85. <https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2007.01.001>
53. Valiev RZ, Ivanisenko Yu.V, Rauch EF, Baudelet B (1996) Structure and deformation behaviour of Armco iron subjected to severe plastic deformation. *Acta Mater* 44:4705–4712. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(96\)00156-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(96)00156-5)
54. de Faria CG, Silva Almeida NG, Paulino Aguilar MT, Cetlin PR (2016) Increasing the work hardening capacity of equal channel angular pressed (ECAPed) aluminum through multi-axial compression (MAC). *Mater Lett*. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.03.112>
55. Flausino PCA, Nassif MEL, de Castro Bubani F, et al (2019) Microstructural evolution and mechanical behavior of copper processed by low strain amplitude multi-directional forging. *Materials Science & Engineering A* 756:474–483. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.04.075>
56. Neres da Silva NA, Pereira PHR, Siqueira Corrêa EC, et al (2021) Microstructural evolution and mechanical properties in a Zn–Al–Cu–Mg hypoeutectic alloy processed by multi-directional forging at room temperature. *Materials Science and Engineering A* 801:140420. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140420>
57. Kawasaki M (2014) Different models of hardness evolution in ultrafine-grained materials processed by high-pressure torsion. *J Mater Sci* 49:18–34. <https://doi.org/10.1007/s10853-013-7687-9>
58. Kawasaki M, Langdon TG (2009) Flow behavior of a superplastic Zn-22%Al alloy processed by equal-channel angular pressing. *Materials Science & Engineering A* 503:48–51. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.04.081>
59. Edalati K, Horita Z (2011) Significance of homologous temperature in softening behavior and grain size of pure metals processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A* 528:7514–7523. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.06.080>
60. Ito Y, Edalati K, Horita Z (2017) High-pressure torsion of aluminum with ultrahigh purity (99.9999%) and occurrence of inverse Hall-Petch relationship. *Materials Science and Engineering A* 679:428–434. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.10.066>
61. Kawasaki M, Langdon TG (2021) Hardness development of mechanically-bonded hybrid nanostructured alloys through high-pressure torsion. In: *Materials Science Forum*. Trans Tech Publications Ltd, pp 177–182
62. Kawasaki M, Langdon TG (2011) Developing superplasticity and a deformation mechanism map for the Zn-Al eutectoid alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A* 528:6140–6145. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.04.053>

63. Choi I, Kim Y, Ahn B, et al (2014) Evolution of plasticity, strain-rate sensitivity and the underlying deformation mechanism in Zn – 22 % Al during high-pressure torsion. *Scr Mater* 75:102–105. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2013.12.003>
64. Figueiredo RB, Langdon TG (2021) Deformation mechanisms in ultrafine-grained metals with an emphasis on the Hall-Petch relationship and strain rate sensitivity. *Journal of Materials Research and Technology* 14:137. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.06.016>
65. Valiev RZ, Enikeev NA, Murashkin MY, et al (2010) On the origin of the extremely high strength of ultrafine-grained Al alloys produced by severe plastic deformation. *Scr Mater* 63:949–952. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.07.014>
66. Abdeljawad F, Foiles SM (2015) Stabilization of nanocrystalline alloys via grain boundary segregation: A diffuse interface model. *Acta Mater* 101:159–171. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.07.058>
67. Detor AJ, Schuh CA (2007) Grain boundary segregation, chemical ordering and stability of nanocrystalline alloys: Atomistic computer simulations in the Ni-W system. *Acta Mater* 55:4221–4232. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.03.024>
68. Sauvage X, Ganeev A, Ivanisenko Y, et al (2012) Grain boundary segregation in UFG alloys processed by severe plastic deformation. *Adv Eng Mater* 14:968–974. <https://doi.org/10.1002/adem.201200060>
69. Karkina LE, Karkin IN, Kuznetsov AR, et al (2016) Solute-grain boundary interaction and segregation formation in Al: First principles calculations and molecular dynamics modeling. *Comput Mater Sci* 112:18–26. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2015.10.007>
70. Pereira PHR, Huang Y, Langdon TG (2017) Examining the microhardness evolution and thermal stability of an Al–Mg–Sc alloy processed by high-pressure torsion at a high temperature. *Journal of Materials Research and Technology* 6:348–354. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2017.05.008>

## 6. CAPÍTULO 6 – CONSIDERAÇÕES FINAIS

### 6.1 Conclusões gerais

O processamento de uma liga de alumínio com alta concentração de elementos de liga (Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu) por torção sob alta pressão (*HPT*) foi capaz de transformar a microestrutura inicial do material, antes na escala micrométrica ( $\sim 25 \mu\text{m}$ ), em uma estrutura de grãos ultrafinos, na escala nanométrica, com tamanhos de grão entre  $\sim 86\text{-}93 \text{ nm}$  para as diferentes condições iniciais. Esses resultados acarretaram num significativo aumento de resistência mecânica da liga, obedecendo a relação de Hall-Petch. Inicialmente, o material sem processamento apresentava valores de dureza entre  $\sim 120\text{-}150 \text{ Hv}$ . O material que apresentava partículas de segunda fase antes do processamento por *HPT*, apresentou excelente níveis de resistência mecânica ( $\sim 290 \text{ Hv}$ ) quando comparado com o material solubilizado antes do *HPT*, no qual a dureza atingiu um limite máximo de  $250 \text{ Hv}$ . Esse valor máximo de dureza alcançado na liga extrudada está acima dos valores, normalmente, encontrados para ligas similares processadas por *HPT* e acima também de outros processamentos como *ECAP* e *FSP*.

Além do incremento alcançado nos valores de dureza, também foi observada nesta pesquisa que a condição microestrutural inicial do material impacta diretamente na microestrutura da liga durante e após o processamento por deformação plástica severa. O material na condição extrudada, que apresentava partículas de segunda fase distribuídas ao longo da matriz sofreu alterações significativas durante o processamento por *HPT*, sendo observados fenômenos como fragmentação dos intermetálicos  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  e dissolução dos precipitados de  $\text{MgZn}_2$ . Ademais, com a aplicação de deformações da ordem de  $\varepsilon_{\text{eq}} > 1000$  foi observada segregação de átomos de soluto nos contornos de grão e de precipitação dinâmica, fenômenos que contribuíram para formação de grãos ultrafinos com alta razão de aspecto (grãos alongados) e para formação de um novo estado de equilíbrio. Por um lado, pode-se concluir que essa condição inicial seguida pela rota de processamento utilizada permite a fabricação de ligas de alumínio nanoestruturadas com alta resistência mecânica e potencial aumento de estabilidade microestrutural devido à segregação de átomos de soluto nos contornos de grão.

Por outro lado, as amostras que foram previamente solubilizadas, antes da aplicação do processamento por *HPT*, apresentaram comportamento diverso. Inicialmente, observou-se um refino significativo do grão acompanhado de uma forte precipitação até  $\sim 30$  voltas. Mais adiante, para deformações superiores e equivalentes a  $\sim 50\text{-}100$  voltas, os precipitados, anteriormente, formados dissolveram na matrix, gerando assim uma solução sólida supersaturada. Além disso,

com o aumento da temperatura e a dissolução dessas nanopartículas, houve uma predominância de fenômenos de recuperação e a liga apresentou uma diminuição nos valores da dureza.

## 6.2 Contribuições originais

A partir de amostras de uma liga de alumínio Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu (7050) com grande incidência de partículas de segunda fase antes do processamento por *HPT* com deformação efetiva ( $\varepsilon_{eq}$ ) atingindo valores  $\varepsilon_{eq} > 1000$ , foi possível atingir um novo patamar de equilíbrio microestrutural e mecânico, não encontrado anteriormente na literatura. Apesar de ser possível encontrar pesquisas nas quais os valores de resistências mecânica sejam superiores em tamanhos de grãos menores aos que foram obtidos nesse estudo, não foram encontrados trabalhos que indicassem uma evolução da dureza vs deformação equivalente em dois estágios, conforme detectado e discutido no presente trabalho.

De maneira similar, as condições obtidas na amostra extrudada sobre o tamanho de grão nanométrico e com alta razão de aspecto, devido a possível segregação de átomos de soluto nos contornos de grão após 100 rotações, apenas haviam sido mencionadas na literatura em ligas de tântalo (Ta). Com efeito, não foram encontrados trabalhos com essas características microestruturas para ligas de alumínio após processamento por *SPD*.

Com relação às amostras solubilizadas antes do processamento por *HPT* após grandes deformações ( $\varepsilon_{eq} > 1000$ ), destaca-se a ocorrência inédita da diminuição de dureza para ligas da série 7xxx processadas por *HPT*. Apesar da literatura apresentar diversos trabalhos sobre a diminuição da dureza para diferentes ligas e para processamento por *SPD*, esse fenômeno torna-se incomum em ligas quimicamente mais complexas como a liga Al-5,7Zn-1,8Mg-2,1Cu. Isso porque o amolecimento se apresenta mais corriqueiro em ligas primárias, como alumínio, comercialmente, puro e em algumas ligas binárias, nas quais fenômenos de recuperação se tornam predominantes com o aumento da deformação plástica.

## 6.3 Produção acadêmica relacionada

### 6.3.1 ARTIGOS SUBMETIDOS

- 1) Santos, I. C.; Mazzer, E. M.; Figueiredo, R. B.; Langdon, T. G.; Pereira, P. H. R. Evidence for two-stage hardening in an Al-Zn-Mg-Cu alloy processed by high-pressure torsion. Artigo submetido para publicação no periódico *Journal of Alloys and Compounds*.

- 2) Santos, I. C.; Mazzer, E. M.; Cetlin, P. R. Figueiredo, R. B.; Langdon, T. G.; Pereira, P. H. R. Evidence of strain softening in a solution treated Al-Zn-Mg-Cu alloy after processing by up to 100 turns in high-pressure torsion. Artigo submetido para publicação no periódico *Journal of Materials Science*.

#### 6.4 Sugestões para trabalhos futuros

- ✓ Caracterizar quimicamente os átomos segregados em uma liga 7050 processada por *HPT* a temperatura ambiente com presença de partículas de segunda fase antes da deformação;
- ✓ Estudar a influência de partículas de segunda fase antes do processamento por *HPT* em ligas de alumínio de diferentes séries (2xxx, 5xxx e 6xxx, por exemplo);
- ✓ Aplicar altas deformações ( $\epsilon > 1000$ ) em outras ligas de alumínio para avaliar se o modelo da dupla curva de endurecimento também é observado;
- ✓ Estudar a influência de partículas de segunda fase antes do processamento por *HPT* em diferentes temperaturas a quente de processamento;
- ✓ Avaliar a estabilidade térmica da liga 7050 processada por *HPT* a temperatura ambiente com presença de partículas de segunda fase antes da deformação.